

BULLETIN

# BENELUX

PUBLICATIEBLAD

**INHOUD :**

M (2000) 2 : Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie van 22 november 2000 tot intrekking en vervanging van de Beschikking M (78) 10 van 14 november 1978 inzake de methoden van onderzoek voor meststoffen, kalkmeststoffen, organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren, zoals aangevuld door Beschikking M (82) 8 van 5 oktober 1982.

MET REGLEMENT

**CONTENU :**

M (2000) 2 : Décision du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux abrogeant et remplaçant la Décision M (78) 10 du 14 novembre 1978 concernant les méthodes d'analyse des engrais, engrais calcaires, amendements organiques du sol et marchandises connexes, telle que complétée par la Décision M (82) 8 du 5 octobre 1982.

AVEC REGLEMENT

ISSN 0005-8777

2003-2

(geen aanv. / pas de suppl.)

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

Het Benelux-Publicatieblad 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.

Het Benelux-Publicatieblad kan tevens worden gebruikt als periodieke aanvulling van de "Benelux-Basisteksten".

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

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

Voor prijs en verkoopadres van het Publicatieblad en de Basisteksten raadplege men de achterzijde van deze kaft.

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

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.

Le Bulletin Benelux peut également servir à la mise à jour des "Textes de base Benelux".

Ceux-ci contiennent la collection complète des textes officiels de l'Union, classés systématiquement.

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.

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

## BENELUX

### BENELUX-PUBLICATIEBLAD 2003-2

### BULLETIN BENELUX 2003-2

Dit gratis nummer bevat uitsluitend Beschikking M (2000) 2 van 22 september 2000 met het daarbij behorende reglement, dit laatste in fotokopieform.

In het voorgaande nummer 2003-1 (156<sup>ste</sup> aanv.) is alleen de Beschikking zelf opgenomen (zie Deel 6/IV) doch niet het Reglement, gezien de grote omvang en de beperkte kring van belanghebbenden.

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

Le présent numéro gratuit contient uniquement la Décision M (2000) 2 du 22 septembre 2000, ainsi que le Règlement y afférent, ce dernier sous forme de photocopie.

Le numéro précédent, 2003-1 (156<sup>e</sup> suppl.) n'a repris que le texte de la Décision même (voir Tome 6/IV) et non celui du Règlement, ce dernier étant d'une longueur inhabituelle et n'intéressant qu'un nombre limité de personnes.

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

BESCHIKKING  
VAN HET COMITÉ VAN MINISTERS  
VAN 22 SEPTEMBER 2000  
TOT INTREKKING EN VERVANGING VAN DE BESCHIKKING  
M (78) 10 VAN 14 NOVEMBER 1978  
INZAKE DE METHODEN VAN ONDERZOEK VOOR MESTSTOFFEN,  
KALKMESTSTOFFEN, ORGANISCHE BODEMVERBETERENDE MIDDELEN EN  
AANVERWANTE WAREN,  
ZOALS AANGEVULD DOOR BESCHIKKING M (82) 8 VAN 5 OKTOBER 1982

M (2000) 2

*(inwerkingtreding op de dag van ondertekening)*

---

DECISION  
DU COMITÉ DE MINISTRES  
DU 22 SEPTEMBRE 2000  
ABROGEANT ET REMPLAÇANT LA DÉCISION  
M (78) 10 DU 14 NOVEMBRE 1978  
CONCERNANT LES MÉTHODES D'ANALYSE DES ENGRAIS,  
ENGRAIS CALCAIRES, AMENDEMENTS ORGANIQUES DU SOL  
ET MARCHANDISES CONNEXES,  
TELLE QUE COMPLÉTÉE PAR LA DÉCISION M (82) 8 DU 5 OCTOBRE 1982

M (2000) 2

*(entrée en vigueur le jour de sa signature)*

## BESCHIKKING

**van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie  
tot intrekking en vervanging van de Beschikking M (78) 10 van 14 november 1978  
inzake de methoden van onderzoek voor meststoffen, kalkmeststoffen, organische  
bodemverbeterende middelen en aanverwante waren,  
zoals aangevuld door Beschikking M (82) 8 van 5 oktober 1982**

**M (2000) 2**

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 Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie M (77) 15 van 8 december 1977 inzake het intra-Benelux-verkeer van meststoffen, kalkmeststoffen, organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren, aangevuld door Beschikking M (82) 7 van 5 oktober 1982 en gewijzigd bij Beschikking M (98) 9 van 1 oktober 1998,

Gelet op Richtlijn 76/116/EEG van de Raad van 18 december 1975 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen van de Lid-Staten inzake meststoffen, zoals aangevuld door en gewijzigd bij Richtlijn 89/284/EEG van de Raad van 13 april 1989,

Gelet op de Richtlijnen 77/535/EEG van de Commissie van 22 juni 1977, 89/519/EEG van de Commissie van 1 augustus 1989, 93/1/EEG van de Commissie van 21 januari 1993 en 95/8/EEG van de Commissie van 10 april 1995 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen van de Lid-Staten inzake de bemonsterings- en analysemethoden voor meststoffen,

Gelet op Richtlijn 93/69/EEG van de Commissie van 23 juli 1993 tot aanpassing aan de technische vooruitgang van Richtlijn 76/116/EEG van de Raad van 18 december 1975,

Overwegende dat in Richtlijn 76/116/EEG van de Raad van 18 december 1975 en in de Benelux-Beschikking M (77) 15 van 8 december 1977 nader is bepaald dat de EU- en de Benelux-onderzoeksmethoden elkaar kunnen aanvullen, maar niet elkaar kunnen vervangen, aangezien ze allebei totaal verschillende toepassingen hebben,

Overwegende dat het van belang is in Benelux-verband tegemoet te komen aan de standaardprocedure voor het opstellen en de vormelijke weergave van chemische analysemethoden naar ISO-norm 78/2-1982,

Overwegende dat het noodzakelijk is de terminologie bij analysemethoden aan te passen aan de marktontwikkelingen,

Overwegende dat sommige analysemethoden onvoldoende nauwkeurig beschreven zijn of thans verouderd dan wel buiten gebruik zijn geraakt,

## DECISION

**du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux  
abrogeant et remplaçant la Décision M (78) 10 du 14 novembre 1978  
concernant les méthodes d'analyse des engrais, engrais calcaires, amendements  
organiques du sol et marchandises connexes,  
telle que complétée par la Décision M (82) 8 du 5 octobre 1982**

**M (2000) 2**

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 Décision du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux M (77) 15 du 8 décembre 1977 relative aux échanges intra-Benelux d'engrais, d'engrais calcaires, d'amendements organiques du sol et de marchandises connexes, telle que complétée par la Décision M (82) 7 du 5 octobre 1982 et modifiée par la Décision M (98) 9 du 1<sup>er</sup> octobre 1998,

Vu la Directive 76/116/CEE du Conseil du 18 décembre 1975 relative à l'adaptation des législations en matière d'engrais, telle que complétée et modifiée par la Directive 89/284/CEE du Conseil du 13 avril 1989,

Vu les Directives 77/535/CEE de la Commission du 22 juin 1977, 89/519/CEE de la Commission du 1<sup>er</sup> août 1989, 93/1/CEE de la Commission du 21 janvier 1993 et 95/8/CEE de la Commission du 10 avril 1995, concernant le rapprochement des législations des Etats membres relatives aux méthodes d'échantillonnage et d'analyse des engrais,

Vu la Directive 93/69/CEE de la Commission du 23 juillet 1993 adaptant au progrès technique la Directive 76/116/CEE du Conseil du 18 décembre 1975,

Considérant que la Directive 76/116/CEE du Conseil du 18 décembre 1975 et la Décision Benelux M (77) 15 du 8 décembre 1977 précisent que les méthodes d'analyse CE et Benelux peuvent se compléter, mais non se remplacer, étant donné qu'elles ont toutes deux des applications tout à fait distinctes,

Considérant qu'il importe dans le cadre du Benelux de respecter la procédure standard mise au point pour l'établissement et la présentation formelle des méthodes d'analyse chimiques conformément à la norme ISO 78/2 -1982,

Considérant qu'il est nécessaire d'adapter la terminologie des méthodes d'analyse aux développements du marché,

Considérant que certaines méthodes d'analyse n'ont pas été décrites avec une précision suffisante ou sont désormais dépassées ou tombées en désuétude,

Overwegende dat het derhalve onontbeerlijk is gebleken het reglement gehecht aan de Beschikking van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie M (78) 10 van 14 november 1978 inzake de methoden voor onderzoek voor meststoffen, kalkmeststoffen, organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren, alsmede de aanvulling gehecht aan de Beschikking M (82) 8 van 5 oktober 1982, geheel te herzien,

Heeft het volgende beslist:

Artikel 1

Beschikking M (78) 10 van 14 november 1978 en het daaraan gehechte Reglement, alsmede Beschikking M (82) 8 van 5 oktober 1982 worden ingetrokken en vervangen door de bepalingen van deze beschikking en haar reglement.

Artikel 2

Deze beschikking alsmede het eraan gehechte reglement treden in werking op de dag van de ondertekening ervan.

GEDAAN te 's-Gravenhage, op 22 september 2000.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

J.J. van AARTSEN

Considérant qu'il s'est dès lors avéré indispensable de réviser entièrement le règlement annexé à la Décision du Comité de Ministres de l'Union économique Benelux M (78) 10 du 14 novembre 1978 concernant les méthodes d'analyse des engrais, engrais calcaires, amendements organiques du sol et marchandises connexes, ainsi que son supplément annexé à la Décision M (82) 8 du 5 octobre 1982,

A pris la décision suivante :

Article 1er

La Décision M (78) 10 du 14 novembre 1978, et le Règlement y annexé, de même que la Décision M (82) 8 du 5 octobre 1982 sont abrogés et remplacés par les dispositions de la présente décision et de son règlement.

Article 2

La présente décision ainsi que le règlement y annexé entrent en vigueur le jour de la signature.

FAIT à La Haye, le 22 septembre 2000.

Le Président du Comité de Ministres,

J.J. van AARTSEN



## INLEIDING

Deze methodenbundel is een herziening van het Reglement inzake de methoden van onderzoek voor meststoffen, kalkmeststoffen, organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren (Beschikking M (78) 10, daterend van 14 november 1978), tevens aangevuld door een herziening van de aanvullende methoden uit Beschikking M (82) 8, daterend van 5 oktober 1982.

Zoals aangegeven in de Beschikking inzake het intra-Benelux-verkeer van meststoffen, kalkmeststoffen, organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren M (77)15, daterend van 8 december 1977, zoals gewijzigd bij Beschikking M (98) 9 van 1 oktober 1998, zijn deze onderzoeksmethoden nauw verbonden met de analysemethoden voor meststoffen die de aanduiding "EEG-meststof" dragen. Deze zogenaamde EG-methoden zijn beschreven in Richtlijn 77/535/EEG, Richtlijn 89/19/EEG, Richtlijn 93/1/EEG, en Richtlijn 95/8/EEG.

De EG- en de Benelux-methoden kunnen elkaar aanvullen, doch niet vervangen, aangezien ze beide van toepassing zijn in duidelijk te onderscheiden werkingssferen, zoals aangegeven in respectievelijk EG-Richtlijn 76/116/EEG en Benelux-Beschikking M (77)15. De EG-methoden zijn in principe enkel van toepassing voor meststoffen die de aanduiding "EEG-meststof" dragen. Nochtans zijn de EEG-methoden eveneens van toepassing op die meststoffen die de aanduiding "EEG-meststof" niet dragen, en die geen organische stof bevatten, zoals aangegeven in Hoofdstuk II van dit Reglement.

Bij de herziening van deze methodenbundel werden in vergelijking met de versie van 14 november 1978, aangevuld door de versie van 5 oktober 1982, bepaalde methoden gewijzigd, andere toegevoegd, en nog andere verwijderd. Volgende argumenten werden daarbij in overweging genomen :

- Tegemoetkoming aan de standaardprocedure voor het opstellen van het plan en de vormelijke weergave van chemische analysemethoden naar ISO-norm 78/2-1982 ;
- Overname van methoden tot stand gekomen door internationale normalisatie (ISO, CEN) ;
- Aanpassing aan wijzigingen en aanvullingen aangebracht aan de EG-Richtlijnen ;
- Vervanging van verouderde, buiten gebruik geraakte methoden en aanvulling van onvoldoende nauwkeurig beschreven procedures.

## INTRODUCTION

Le présent recueil de méthodes est une révision de la Décision concernant les méthodes d'analyse des engrais, engrais calcaires, amendements organiques du sol et marchandises connexes (Décision M (78) 10, datant du 14 novembre 1978), complétée par une révision des méthodes complémentaires de la Décision M (82) 8, datant du 5 octobre 1982.

Comme mentionné dans la Décision relative aux échanges intra-Benelux d'engrais, d'engrais calcaires, d'amendements organiques du sol et de marchandises connexes M (77) 15, datant du 8 décembre 1977, telle que modifiée par la Décision M (98) 9 du 1<sup>er</sup> octobre 1998, ces méthodes d'analyse sont étroitement liées aux méthodes d'analyse des engrais portant l'indication "engrais C.E.E." Ces méthodes CE sont décrites dans la Directive 77/535/CEE, la Directive 89/19/CEE, la Directive 93/1/CEE ainsi que la Directive 95/8/CEE.

Les méthodes CE et Benelux peuvent se compléter, mais non se remplacer, étant donné qu'elles ont toutes deux des applications tout à fait distinctes comme le précisent respectivement la Directive CE 76/116/CEE et la Décision Benelux M (77) 15. Les méthodes CE ne s'appliquent en principe qu'aux engrais portant l'indication "engrais C.E.E.". Toutefois, les méthodes C.E.E. s'appliquent également aux engrais qui ne portent pas cette indication et qui ne contiennent pas de matières organiques, comme mentionné au Chapitre II de ce Règlement.

Lors de la révision de ce recueil de méthodes, certaines méthodes ont été modifiées par rapport à la version du 14 novembre 1978, complétée par la version du 5 octobre 1982, tandis que d'autres ont été ajoutées et d'autres encore ont été éliminées. Les arguments suivants ont présidé à ces changements:

- Respecter la procédure standard pour l'établissement du plan et la présentation formelle des méthodes d'analyse chimiques conformément à la norme ISO 78/2-1982 ;
- Reprendre les méthodes élaborées dans le cadre de la normalisation internationale (ISO, CEN) ;
- Adapter aux modifications et compléments apportés aux directives CE ;
- Remplacer les méthodes dépassées, tombées en désuétude et compléter les méthodes qui n'ont pas été décrites avec une précision suffisante.

**Règlement**

**betreffende de methoden van onderzoek voor meststoffen, kalkmeststoffen,  
organische bodemverbeterende middelen en aanverwante waren,  
M (2000) 2, Bijlage \*)**

---

**Règlement**

**concernant les méthodes d'analyse des engrais, engrais calcaires,  
amendements organiques du sol et marchandises connexes  
M (2000) 2, Annexe \*)**

---

\*) Aangepaste versie van het Règlement betreffende de Beschikking M (78) 10 van 14 november 1978, zoals aangevuld door Beschikking M (82) 8 van 5 oktober 1982, ingetrokken ingevolge artikel 1 van Beschikking M (2000) 2. / Version révisée du Règlement concernant la Décision M (78) 10 du 14 novembre 1978, telle que complétée par la Décision M (82) 8 du 5 octobre 1982, abrogée par l'article 1<sup>er</sup> de la Décision M (2000) 2.

## INHOUDSTAFEL

<b>Hoofdstuk I</b>	<b>Bereiding van het analysemonster</b>	<b>Pagina 1 tot 4</b>
<b>Hoofdstuk II</b>	<b>EG methoden voor producten die geen organische stof bevatten</b>	<b>Pagina 5 tot 9</b>
<b>Hoofdstuk III</b>	<b>Bepaling van stikstof, fosfor, kalium, magnesium, chloor bij aanwezigheid van organische stof</b>	<b>Pagina 10 tot 94</b>
	<b>Methode BNL-N-0 : Kwalitatieve bepaling van ammonium-, nitraat-, en ureumstikstof</b>	<b>Pagina 10 tot 13</b>
	<b>Methode BNL-N-1 : Bepaling van stikstof totaal bij afwezigheid van nitraten en in aanwezigheid van organische stof</b>	<b>Pagina 14 tot 18</b>
	<b>Methode BNL-N-2 : Bepaling van ammoniumstikstof bij aanwezigheid van organische stof</b>	<b>Pagina 19 tot 24</b>
	<b>Methode BNL-N-3 : Bepaling van nitraatstikstof in aanwezigheid van organische stof</b>	<b>Pagina 25 tot 30</b>
	<b>Methode BNL-N-4 : Bepaling van stikstof totaal bij aanwezigheid van nitraten en organische stof</b>	<b>Pagina 31 tot 36</b>
	<b>Methode BNL-N-5 : Bepaling van ureumstikstof (meer dan 3 %) bij aanwezigheid van organische stof</b>	<b>Pagina 37 tot 40</b>
	<b>Methode BNL-N-6 : Bepaling van ureumstikstof (tot en met 3 %) bij aanwezigheid van organische stof</b>	<b>Pagina 41 tot 45</b>
	<b>Methode BNL-N-7 : Bepaling van de in pepsine-zoutzuur oplosbare organisch gebonden stikstof</b>	<b>Pagina 46 tot 48</b>
	<b>Methode BNL-N-8 : Bepaling van stikstof gelijktijdig in diverse vormen aanwezig, in aanwezigheid van organische stof</b>	<b>Pagina 49 tot 50</b>
	<b>Methode BNL-N-9 : Bepaling van ureumstikstof en/of ammoniumstikstof in aanwezigheid van ureumaldehydecondensaten</b>	<b>Pagina 51 tot 56</b>

## TABLE DES MATIERES

Chapitre I	Préparation de l'échantillon d'analyse	Pages 1 à 4
Chapitre II	Méthodes C.E. pour engrais qui ne contiennent pas de matière organique	Pages 5 à 9
Chapitre III	Détermination de l'azote, du phosphore, du potassium, du magnésium, du chlore en présence de matières organiques	Page 10 à 94
	Méthode BNL-N-0 : Détermination qualitative de l'azote ammoniacal, nitrique et uréique	Pages 10 à 13
	Méthode BNL-N-1 : Détermination de la teneur en azote total en l'absence de nitrates et en présence de matières organiques	Pages 14 à 18
	Méthode BNL-N-2 : Détermination de la teneur en azote ammoniacal en présence de matières organiques	Pages 19 à 24
	Méthode BNL-N-3 : Détermination de la teneur en azote nitrique en présence de matières organiques	Pages 25 à 30
	Méthode BNL-N-4 : Détermination de la teneur en azote total en présence de nitrates et de matières organiques	Pages 31 à 36
	Méthode BNL-N-5 : Détermination de la teneur en azote uréique (plus de 3 %) en présence de matières organiques	Pages 37 à 40
	Méthode BNL-N-6 : Détermination de la teneur en azote uréique (jusque 3 %) en présence de matières organiques	Pages 41 à 45
	Méthode BNL-N-7 : Détermination de la teneur en azote organique soluble par la pepsine en milieu chlorhydrique	Pages 46 à 48
	Méthode BNL-N-8 : Détermination de la teneur en azote présent simultanément sous diverses formes, en présence de matières organiques	Pages 49 à 50
	Méthode BNL-N-9 : Détermination de la teneur en azote uréique et/ou ammoniacal en présence de produits de condensation aldéhyde urée	Pages 51 à 58

II

<b>Methode BNL-N-10</b> : Kwalitatieve bepaling van ureaform (ureumformaldehyde) en isobutylideendiureum	Pagina 57 tot 59
<b>Methode BNL-N-11</b> : Kwalitatieve bepaling van crotonylideendiureum	Pagina 60 tot 61
<b>Methode BNL-N-12</b> : Bepaling van de activiteitsindex en van stikstof onoplosbaar in koud water	Pagina 62 tot 64
<b>Methode BNL-N-13</b> : Bepaling van isobutylideendiureumstikstof (I.B.D.U.)	Pagina 65 tot 68
<b>Methode BNL-N-14</b> : Bepaling van stikstof die vrijkomt na respectievelijk 1 en 10 dagen	Pagina 69 tot 70
<b>Methode BNL-P-1</b> : Bepaling van fosfor, oplosbaar in mineraal zuur bij aanwezigheid van organische stof	Pagina 71 tot 75
<b>Methode BNL-P-2</b> : Bepaling van fosfor in extracten van meststoffen bij aanwezigheid van organische stof	Pagina 76 tot 79
<b>Methode BNL-K-1</b> : Bepaling van kalium, oplosbaar in water, in aanwezigheid van organische stof	Pagina 80 tot 83
<b>Methode BNL-Mg-1</b> : Bepaling van magnesium, oplosbaar in mineraal zuur	Pagina 84 tot 87
<b>Methode BNL-Mg-2</b> : Bepaling van magnesium, oplosbaar in water	Pagina 88 tot 91
<b>Methode BNL-CI-1</b> : Bepaling van chloor	Pagina 92 tot 94
<b>Bepaling van de zuurbindende waarde, calcium en het basenequivalent</b>	Pagina 95 tot 120
<b>Methode BNL-Ca-1</b> : Bepaling van de neutraliserende waarde	Pagina 95 tot 100
<b>Methode BNL-Ca-2</b> : Bepaling van calcium oplosbaar in mineraal zuur	Pagina 101 tot 108

Hoofdstuk IV

## II

	<b>Méthode BNL-N-10 : Détermination qualitative d'ureaform (formaldéhyde-urée) et de l'isobutylièdèdiurée</b>	<b>Pages 57 à 59</b>
	<b>Méthode BNL-N-11 : Détermination qualitative de la crotonylièdèdiurée</b>	<b>Pages 60 à 61</b>
	<b>Méthode BNL-N-12 : Détermination de l'indice d'activité et de la teneur en azote insoluble dans l'eau froide</b>	<b>Pages 62 à 64</b>
	<b>Méthode BNL-N-13 : Détermination de la teneur en azote d'isobutylièdèdiurée (I.B.D.U.)</b>	<b>Pages 65 à 68</b>
	<b>Méthode BNL-N-14 : Détermination de la teneur en azote libérée après un jour et après dix jours, respectivement</b>	<b>Pages 69 à 70</b>
	<b>Méthode BNL-P-1 : Détermination de la teneur en phosphore soluble dans les acides minéraux en présence de matières organiques</b>	<b>Pages 71 à 75</b>
	<b>Méthode BNL-P-2 : Détermination de la teneur en phosphore dans des extraits d'engrais en présence de matières organiques</b>	<b>Pages 76 à 79</b>
	<b>Méthode BNL-K-1 : Détermination de la teneur en potassium soluble dans l'eau en présence de matières organiques</b>	<b>Pages 80 à 83</b>
	<b>Méthode BNL-Mg-1 : Détermination de la teneur en magnésium soluble dans les acides minéraux</b>	<b>Pages 84 à 87</b>
	<b>Méthode BNL-Mg-2 : Détermination de la teneur en magnésium soluble dans l'eau</b>	<b>Pages 88 à 91</b>
	<b>Méthode BNL-CI-1 : Détermination de la teneur en chlore</b>	<b>Pages 92 à 94</b>
<b>Chapitre IV</b>	<b>Détermination de la valeur neutralisante, du calcium et de l'équivalent-base</b>	<b>Page 95 à 120</b>
	<b>Méthode BNL-Ca-1 : Détermination de la valeur neutralisante</b>	<b>Pages 95 à 100</b>
	<b>Méthode BNL-Ca-2 : Détermination de la teneur en calcium soluble dans un acide minéral</b>	<b>Pages 101 à 108</b>

	<b>Methode BNL-Ca-4</b> : Bepaling van calcium- en/of magnesium in zuurbindende vorm	Pagina 109 tot 114
	<b>Methode BNL-Ca-5</b> Bepaling van het basenequivalent	Pagina 115 tot 120
<b>Hoofdstuk V</b>	<b>Bepaling van zwavel en natrium</b>	<b>Pagina 121 tot 130</b>
	<b>Methode BNL-S-1</b> : Bepaling van zwavel afkomstig van sulfaten, oplosbaar in water	Pagina 121 tot 124
	<b>Methode BNL-S-2</b> : Bepaling van zwavel in met zwavel omhulde ureum	Pagina 125 tot 126
	<b>Methode BNL-Na-1</b> : Bepaling van natrium, oplosbaar in water	Pagina 127 tot 130
<b>Hoofdstuk VI</b>	<b>Diverse bepalingen</b>	<b>Pagina 131 tot 175</b>
	<b>Methode BNL-DIV-1</b> : Bepaling van organische stof	Pagina 131 tot 133
	<b>Methode BNL-DIV-2</b> : Bepaling van het gehalte aan droge stof	Pagina 134 tot 138
	<b>Methode BNL-DIV-3</b> : Bepaling van de fijnheid	Pagina 139
	<b>Methode BNL-DIV3-a</b> : Bepaling van de fijnheid door middel van droog zeven	Pagina 140 tot 143
	<b>Methode BNL-DIV-3-b</b> : Bepaling van de fijnheid door middel van nat zeven	Pagina 144 tot 146
	<b>Methode BNL-DIV-4</b> : Bepaling van kooldioxide	Pagina 147 tot 150
	<b>Methode BNL-DIV-5-a</b> : Bepaling van vocht van veen, turfstrooisel en tuinturf	Pagina 151 tot 154
	<b>Methode BNL-DIV-5-b</b> : Bepaling van de organische stof van veen, turfstrooisel en tuinturf	Pagina 155 tot 162



III

	Méthode BNL-Ca-4 : Détermination de la teneur en calcium et/ou en magnésium sous forme neutralisante	Pages 109 à 114
	Méthode BNL-Ca-5 : Détermination de l'équivalent-base	Pages 115 à 120
Chapitre V	Détermination du soufre et du sodium	Pages 121 à 130
	Méthode BNL-S-1 : Détermination de la teneur en soufre provenant de sulfates, soluble dans l'eau	Pages 121 à 124
	Méthode BNL-S-2 : Détermination de la teneur en soufre dans l'urée enrobée de soufre	Pages 125 à 126
	Méthode BNL-Na-1 : Détermination de la teneur en sodium soluble dans l'eau	Pages 127 à 130
Chapitre VI	Détermination diverses	Page 131 à 175
	Méthode BNL-DIV-1 : Détermination de la teneur en matières organiques	Pages 131 à 133
	Méthode BNL-DIV-2 : Détermination de la teneur en matière sèche	Pages 134 à 138
	Méthode BNL-DIV-3 : Détermination de la finesse	Page 139
	Méthode BNL-DIV-3-a : Détermination de la finesse par tamisage à sec	Pages 140 à 143
	Méthode BNL-DIV-3-b : Détermination de la finesse par tamisage humide	Pages 144 à 146
	Méthode BNL-DIV-4 : Détermination du dioxyde de carbone	Pages 147 à 150
	Méthode BNL-DIV-5-a : Détermination de la teneur en humidité de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole	Pages 151 à 154
	Méthode BNL-DIV-5-b : Détermination des matières organiques dans la terre de tourbières, la litière de tourbe et la tourbe horticole	Pages 155 à 162

IV

**Methode BNL-DIV-5-c** : Bepaling van de verteringsgraad van veen, turfstrooisel en tuinturf      Pagina 163 tot 164      -

**Methode DIV-5-d-e-f** : Bepaling van de pH, de specifieke geleidbaarheid en het chloorgehalte van veen, turfstrooisel en tuinturf      Pagina 165 tot 170      -

**Methode BNL-DIV-5-g**  
Bepaling van de watercapaciteit      Pagina 171 tot 175

---

#### IV

**Méthode BNL-DIV-5-c** : Détermination du degré de décomposition de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole Pages 163 à 164

**Méthode DIV-5-d-e-f** : Détermination du pH, de la conductivité spécifique et de la teneur en chlore de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole Pages 165 à 170

**Méthode BNL-DIV-5-g** : Détermination de la capacité d'absorption d'eau Pagina 171 à 175

---

## HOOFDSTUK I

### BEREIDING VAN HET ANALYSEMONSTER

#### 1. Doel en toepassingsgebied

Dit voorschrift beschrijft de methode voor het bereiden van het analysemonster uit het eindmonster. Het is niet van toepassing op de Beneluxmethoden N-7, N-12, Div-2, Div-3 en Div-4. Hiervoor wordt voor elk product verwezen naar de desbetreffende methode.

#### 2. Principe

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

- enerzijds de kleinst afgewogen hoeveelheden, voorgeschreven in de analysemethoden, representatief zijn voor het laboratoriummonster ;
- anderzijds de oplosbaarheden in de verschillende extractievlloeistoffen niet merkbaar worden beïnvloed door het fijnmalen.

#### 3. Apparatuur en hulpmiddelen

- 3.1. Monsterverdeler (facultatief)
- 3.2. Zeven met maaswijdte van 500  $\mu\text{m}$  en 1000  $\mu\text{m}$
- 3.3. Flessen van 250 ml, die hermetisch afgesloten kunnen worden
- 3.4. Porseleinen mortier met stamper
- 3.5. Laboratoriummolen

## CHAPITRE I

### PREPARATION DE L'ECHANTILLON D'ANALYSE

#### 1. **Objet et domaine d'application**

La présente prescription décrit la méthode de préparation de l'échantillon d'analyse à partir de l'échantillon final. Ce document ne s'applique pas aux méthodes Benelux N-7, N-12, Div-2, Div-3 et Div-4. Pour ces dernières il y a lieu de se référer à la méthode appropriée pour chaque produit.

#### 2. **Principe**

Le traitement d'un échantillon final reçu au laboratoire est une succession d'opérations, le plus souvent tamisage, broyage et homogénéisation, à réaliser de telle sorte que :

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

#### 3. **Appareillage et autres supports**

- 3.1. Diviseur d'échantillon (facultatif)
- 3.2. Tamis d'ouverture 500  $\mu\text{m}$  et 1000  $\mu\text{m}$
- 3.3. Flacons de 250 ml pouvant être fermés hermétiquement
- 3.4. Mortier avec pilon en porcelaine
- 3.5. Broyeur.

#### 4. Werkwijze

##### Opmerking :

*Indien het product zich ertoe leent, behoeft slechts een representatief gedeelte van het eindmonster te worden bewaard.*

##### 4.1. Eindmonsters die niet mogen worden fijngemaakt

Het betreft hier de volgende meststoffen : kalksalpeter, kalkmagnesiumsalpeter, natronsalpeter, chilisalpeter, kalkstikstof, nitraathoudende kalkstikstof, ammoniumsulfaat, ammoniumnitraat met meer dan 30 % N, ureum, thomasslakkenmeel, gedeeltelijk ontsloten natuurfosfaat, dubbelkalkfosfaat, gloeifosfaat, aluminiumcalciumfosfaat en zacht natuurfosfaat.

Bereid het analysemonster met behulp van een monsterverdeler (3.1) of volgens de methode van verdelen in kwartieren.

##### 4.2. Eindmonsters die moeten worden gesplitst en waarvan slechts een deel moet worden fijngemaakt

Het betreft hier producten, waarin bepalingen moeten worden verricht zonder voorafgaand fijnmaken (bv. fijnheid) en andere bepalingen na fijnmaken. Zij omvatten onder andere alle mengmeststoffen waarvan de fosfaatbron bestaat uit thomasslakkenmeel, aluminiumcalciumfosfaat, gloeifosfaat, zacht natuurfosfaat of gedeeltelijk ontsloten natuurfosfaat.

Deel hiertoe het eindmonster in twee zo identiek mogelijke delen met behulp van de monsterverdeler (3.1.) of volgens de methode van verdelen in kwartieren. Bewaar het deel dat niet mag worden fijngemaakt in een schone en droge recipient en sluit deze hermetisch.

#### 4. Mode opératoire

##### Observation

*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

Il s'agit des engrais suivants : nitrate de calcium, nitrate de calcium et de magnésium, nitrate de sodium, nitrate du chili, cyanamide calcique, cyanamide calcique nitraté, sulfate d'ammoniaque, nitrates d'ammonium supérieurs à 30 % N, urée, scories de déphosphoration, phosphate naturel partiellement solubilisé, phosphate précité bicalcique dihydraté, phosphate désagrégé, phosphate aluminocalcique, phosphate naturel tendre.

Préparer l'échantillon à l'aide d'un diviseur d'échantillon (3.1) ou selon la méthode de répartition en quartiers.

##### 4.2. Echantillons finals devant être divisés et dont une partie seulement 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 (3.1.) ou par la méthode des quartiers, l'échantillon final en deux fractions aussi identiques que possible. Conserver la partie qui ne peut pas être broyée dans un récipient propre et sec et fermer ce dernier hermétiquement.

Zeef het deel van het eindmonster dat wel moet worden fijngemaakt snel door een zeef met een maaswijdte van 500 µm. Maak het gedeelte dat op de zeef achterblijft fijn ; zorg daarbij dat er geen fijner product ontstaat dan strikt nodig is en zeef dit dan af. Dit fijnmaken moet zodanig geschieden, dat het analysemateriaal niet noemenswaardig warmer wordt. Herhaal deze bewerkingen zoveel als nodig is, om alles door de zeef te doen gaan. Voer alle handelingen zo snel mogelijk uit, teneinde verlies of opname van bestanddelen (water, ammoniak enz.) te voorkomen. Meng het gezeefde monstermateriaal en breng het in zijn geheel in een droge en schone fles en sluit deze hermetisch.

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

Hierbij hoeft slechts een representatief gedeelte van het eindmonster te worden fijngemaakt. Het betreft hier alle andere meststoffen van de lijst, niet genoemd onder 4.1. of 4.2. Handel zoals is aangegeven in 4.2. vanaf de derde alinea (Zeef het deel van het eindmonster enz.).

4.4. Bijzondere gevallen

4.4.1. Zeefrest die moeilijk fijn te maken is en die geen waardegevende bestanddelen bevat

Weeg het residu en verwijder het. Corrigeer hiervoor bij de berekening van de analysesresultaten.

4.4.2. Producten die door warmte kunnen ontleiden

Het fijnmaken moet zodanig geschieden, dat elke warmteontwikkeling wordt vermeden. In zulke gevallen is het aanbevolen het fijnmaken met behulp van een mortier (3.4.) uit te voeren. Voorbeeld : samengestelde organische meststoffen die ureum bevatten.

4.4.3. Zeer vochtige producten die bij het fijnmaken gaan kleven

Om zeker te zijn van een bepaalde mate van homogeniteit dient men een zeef (3.2.) te kiezen met die minimale maaswijdte, waarbij brokstukken na fijndrukken met de hand of met een stamper de zeef alsnog passeren.



La partie d'échantillon final qui peut être broyée est tamisée rapidement sur un tamis de 500 µm 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 fermant hermétiquement.

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. Suivre la procédure exposée au 4.2. à partir du troisième alinéa (la partie d'échantillon final qui peut être broyée, etc.).

4.4. Cas particuliers

4.4.1. Refus difficilement broyable ne contenant pas d'éléments fertilisants

Peser le refus et le mettre de côté. Tenir compte de sa masse dans le calcul du résultat final.

4.4.2. 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 (3.4.). Par exemple : engrais composés contenant de l'urée.

4.4.3. Produits anormalement humides rendus pâteux par broyage

Pour assurer une certaine homogénéité, on choisira le tamis d'ouverture minimale compatible avec une destruction des agglomérats à la main ou au pilon (3.2.).

- 4.4.4. Producten met een dermate hoog vochtgehalte, dat fijnmaken, zeven en/of verdelen niet goed mogelijk zijn

Teneinde bovenvermelde bewerking te kunnen uitvoeren dient het monster te worden voorgedroogd zoals beschreven in methode BNL-DIV-2. Een eventuele voordroging voor het fijnmaken mag enkel worden uitgevoerd, indien er geen gevaar bestaat voor verliezen van de te bepalen bestanddelen. Houd met deze voordroging rekening bij de berekening van de analyseresultaten.

- 4.4.5. Producten die aanzienlijke hoeveelheden organische stof bevatten en niet zo fijn gemaakt kunnen worden dat ze door de zeef met een maaswijdte van 500  $\mu\text{m}$  kunnen passeren

In dit geval wordt een zeef met een maaswijdte van 1000  $\mu\text{m}$  genomen.

---

**4.4.4. 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-2. Le séchage ne peut être effectué avant le broyage que s'il n'y a pas de danger de pertes en constituants à déterminer. Tenir compte de ce séchage lors du calcul du résultat final.

**4.4.5. 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 500  $\mu\text{m}$**

En pareil cas, on utilise un tamis à mailles de 1000  $\mu\text{m}$ .

---

## HOOFDSTUK II

## EG METHODEN VOOR MESTSTOFFEN DIE GEEN ORGANISCHE STOF BEVATTEN

De volgende bepalingen in meststoffen die geen organische stof bevatten worden verricht volgens de methoden die omschreven zijn in de Richtlijnen van de EEG-Commissie betreffende de onderlinge aanpassingen van de wetgevingen van de lidstaten inzake bemonsterings- en analysemethoden voor meststoffen :

- Richtlijn 77/535/EEG van de Commissie van 22 juni 1977 (PB nr. L 213 van 22 augustus 1977) ;
- Richtlijn 89/519/EEG van de Commissie van 1 augustus 1989 (PB nr. L 265 van 12 september 1989) ;
- Richtlijn 93/1/EEG van de Commissie van 21 januari 1993 (PB nr. L 113/17 van 7 mei 1993) ;
- Richtlijn 95/8/EG van de Commissie van 10 april 1995 (PB nr. L 86/41 van 20 april 1995) ;

Daarenboven bestaan er wegens het ontploffingsgevaar van ammoniumnitraat aparte EG-methoden ter controle van de grenswaarden van dit product. Aangezien deze methoden niet tot doel hebben de landbouwkundige waarde te controleren, worden ze in dit Hoofdstuk niet vermeld, en wordt gewezen op het bestaan van specifieke EG-Richtlijnen hieromtrent.

<u>Bemonsteringsmethode</u>	<u>Richtlijn</u>	<u>Methode</u>
- Bemonsteringsmethode voor de controle van meststoffen	77/535/EEG	Bijlage I
<u>Stikstof</u>	<u>Richtlijn</u>	<u>Methode</u>
- Bepaling van ammoniumstikstof	77/535/EEG	2.1.
- Bepaling van nitraat- en ammoniumstikstof :	77/535/EEG	2.2.
- volgens Ulsch	77/535/EEG	2.2.1.
- volgens Arnd	77/535/EEG	2.2.2.
- volgens Devarda	77/535/EEG	2.2.3.
- Bepaling van stikstof totaal :	77/535/EEG	2.3.
- in nitraatvrije kalkstikstof	77/535/EEG	2.3.1.
- in nitraathoudende kalkstikstof	77/535/EEG	2.3.2.
- in ureum	77/535/EEG	2.3.3.
- Bepaling van cyaanamidestikstof	77/535/EEG	2.4.
- Fotometrische bepaling van biureet in ureum	77/535/EEG	2.5.

## CHAPITRE II

## METHODES C.E. POUR ENGRAIS QUI NE CONTIENNENT PAS DE MATIERE ORGANIQUE

Les déterminations suivantes des engrais qui ne contiennent pas de matière organique, s'effectuent suivant les méthodes décrites dans les Directives de la Commission de la CEE concernant le rapprochement des législations des Etats membres relatives aux méthodes d'échantillonnage et d'analyse des engrais :

- Directive 77/535/CEE de la Commission du 22 juin 1977 (JO n° L 213 du 22 août 1977) ;
- Directive 89/519/CEE de la Commission du 1er août 1989 (JO n° L 265 du 12 septembre 1989) ;
- Directive 93/1/CEE de la Commission du 21 janvier 1993 (JO n° L 113/17 du 7 mai 1993) ;
- Directive 95/8/CE de la Commission du 10 avril 1995 (JO n° L 86/41 du 20 avril 1995) ;

De surcroît, eu égard au danger d'explosivité du nitrate d'ammonium, il existe des méthodes CE spécifiques pour le contrôle des valeurs limites de ce produit. Etant donné que l'objet de ces méthodes n'est pas de contrôler la valeur agronomique de ce produit, elles ne sont pas renseignées dans le présent Chapitre et il est fait référence à l'existence de Directives CE spécifiques en la matière.

<u>Méthode d'échantillonnage</u>	<u>Directive</u>	<u>Méthode</u>
- Méthode d'échantillonnage pour le contrôle d'engrais	77/535/CEE	Annexe I
 <u>Azote</u>		
- Détermination de l'azote ammoniacal	77/535/CEE	2.0.
- Détermination de l'azote nitrique et ammoniacal :	77/535/CEE	2.2.
- selon Ulsch	77/535/CEE	2.2.1.
- selon Amd	77/535/CEE	2.2.2.
- selon Devarda	77/535/CEE	2.2.3.
- Détermination de l'azote total :	77/535/CEE	2.3.
- dans la cyanamide calcique exempte de nitrate	77/535/CEE	2.3.1.
- dans la cyanamide calcique nitratée	77/535/CEE	2.3.2.
- dans l'urée	77/535/CEE	2.3.3.
- Détermination de l'azote cyanamidé	77/535/CEE	2.4.
- Détermination photométrique du biuret dans l'urée	77/535/CEE	2.5.

- Bepaling van de gehalten aan stikstof in verschillende bindingsvormen, indien zij naast elkaar voorkomen	77/535/EEG	2.6.
- in meststoffen die nitraatstikstof, ammoniumstikstof, ureumstikstof en cyaanamidestikstof bevatten	77/535/EEG	2.6.1.
- in meststoffen die nitraatstikstof, ammoniumstikstof en ureumstikstof bevatten	77/535/EEG	2.6.2.

FosforRichtlijnMethode

- Extractie :	77/535/EEG	3.1.
- door mineraal zuur	77/535/EEG	3.1.1.
- door 2 % mierenzuur	77/535/EEG	3.1.2.
- door 2 % citroenzuur	77/535/EEG	3.1.3.
- door neutraal ammoniumcitraat	77/535/EEG	3.1.4.
- door alkalisch ammoniumcitraat :	77/535/EEG	3.1.5.
- volgens Petermann bij 65° C	77/535/EEG	3.1.5.1.
- volgens Petermann bij kamertemperatuur	77/535/EEG	3.1.5.2.
- volgens Joulie	77/535/EEG	3.1.5.3.
- door water	77/535/EEG	3.1.6.
- Bepaling van fosfor in extracten	77/535/EEG	3.2.

KaliumRichtlijnMethode

- Bepaling van kalium oplosbaar in water	77/535/EEG	4.1.
--	------------	------

ChloorRichtlijnMethode

- Bepaling van chloor van chloriden	77/535/EEG	6.1.
-------------------------------------	------------	------

FijnheidRichtlijnMethode

- Bepaling van de fijnheid volgens de droge methode	77/535/EEG	7.1.
- Bepaling van de fijnheid van zachte natuurfosfaten	77/535/EEG	7.2.

- Détermination des teneurs des différentes formes d'azote en présence les unes des autres :	77/535/CEE	2.6.
- dans les engrais contenant l'azote sous forme nitrique, ammoniacale, uréique et cyanamidique	77/535/CEE	2.6.1.
- dans les engrais ne contenant l'azote que sous forme nitrique, ammoniacale et uréique	77/535/CEE	2.6.2.

<u>Phosphore</u>	<u>Directive</u>	<u>Méthode</u>
- Extraction :	77/535/CEE	3.1.
- par les acides minéraux	77/535/CEE	3.1.1.
- par l'acide formique à 2 %	77/535/CEE	3.1.2.
- par l'acide citrique à 2 %	77/535/CEE	3.1.3.
- par le citrate d'ammonium neutre	77/535/CEE	3.1.4.
- par le citrate d'ammonium alcalin :	77/535/CEE	3.1.5.
- selon Petermann, à 65 °C	77/535/CEE	3.1.5.1.
- selon Petermann, à la température ambiante	77/535/CEE	3.1.5.2.
- selon Joulie	77/535/CEE	3.1.5.3.
- par l'eau	77/535/CEE	3.1.6.
- Dosage du phosphore extrait	77/535/CEE	3.2.

<u>Potassium</u>	<u>Directive</u>	<u>Méthode</u>
- Détermination du potassium soluble dans l'eau	77/535/CEE	4.1.

<u>Chlore</u>	<u>Directive</u>	<u>Méthode</u>
- Détermination du chlore des chlorures	77/535/CEE	6.1.

<u>Finesse de mouture</u>	<u>Directive</u>	<u>Méthode</u>
- Détermination de la finesse de mouture à sec	77/535/CEE	7.1.
- Détermination de la finesse de mouture des phosphates naturels tendres	77/535/CEE	7.2.

Secundaire bestanddelen

	<u>Richtlijn</u>	<u>Methode</u>
- Extractie van calcium totaal, magnesium totaal, natrium totaal en zwavel totaal in de vorm van sulfaten	89/519/EEG	8.1.
- Extractie van in verschillende vormen aanwezig zwavel totaal	89/519/EEG	8.2.
- Extractie van in water oplosbare vormen van calcium, magnesium, natrium en zwavel als sulfaat	89/519/EEG	8.3.
- Extractie van in water oplosbare zwavel, wanneer dit verschillende vormen aanwezig is	89/519/EEG	8.4.
- Extractie en kwantitatieve analyse van elementaire zwavel	89/519/EEG	8.5.
- Manganimetrische bepaling van het geëxtraheerd calcium na neerslaan in de vorm van oxalaat	89/519/EEG	8.6.
- Kwantitatieve analyse van magnesium met behulp van atoomabsorptiespectrometrie	89/519/EEG	8.7.
- Kwantitatieve analyse van magnesium met behulp van complexometrie	89/519/EEG	8.8.
- Kwantitatieve analyse van sulfaten	89/519/EEG	8.9.
- Kwantitatieve analyse van het geëxtraheerde natrium	89/519/EEG	8.10.

Spoorelementen met een gehalte van minder dan of gelijk aan 10 %

	<u>Richtlijn</u>	<u>Methode</u>
- Extractie van spoorelementen totaal	93/1/EEG	9.1.
- Extractie van in water oplosbare spoorelementen	93/1/EEG	9.2.
- Verwijdering van organische verbindingen in extracten van meststoffen	93/1/EEG	9.3.
- Kwantitatieve analyse van spoorelementen in extracten van meststoffen met behulp van atoomabsorptiespectrometrie (Algemene werkwijze)	93/1/EEG	9.4.



<u>Éléments secondaires</u>	<u>Directive</u>	<u>Méthode</u>
- Extraction du calcium total, du magnésium total, du sodium total et du soufre total présent sous forme de sulfate	89/519/CEE	8.1
- Extraction du soufre total présent sous différentes formes	89/519/CEE	8.2.
- Extraction des formes solubles dans l'eau du calcium, du magnésium, du sodium et du soufre présent sous forme de sulfate	89/519/CEE	8.3.
- Extraction du soufre soluble dans l'eau, lorsque le soufre est présent sous différentes formes	89/519/CEE	8.4.
- Extraction et dosage du soufre élémentaire	89/519/CEE	8.5.
- Dosage manganométrique du calcium extrait après précipitation sous forme d'oxalate	89/519/CEE	8.6.
- Dosage du magnésium par spectrométrie d'absorption atomique	89/519/CEE	8.7.
- Dosage du magnésium par complexométrie	89/519/CEE	8.8.
- Dosage des sulfates	89/519/CEE	8.9.
- Dosage du sodium extrait	89/519/CEE	8.10.
<u>Oligo-éléments d' une teneur inférieure ou égale à 10 %</u>	<u>Directive</u>	<u>Méthode</u>
- Extraction des oligo-éléments totaux	93/1/CEE	9.1.
- Extraction des oligo-éléments solubles dans l'eau	93/1/CEE	9.2.
- Elimination des composés organiques dans les extraits d'engrais	93/1/CEE	9.3.
- Dosage des oligo-éléments dans les extraits d'engrais par spectrométrie d'absorption atomique (Mode opératoire général)	93/1/CEE	9.4.

- Kwantitatieve analyse van boor in extracten van meststoffen - Spectrofotometrische methode met azomethine-H	93/1/EEG	9.5.
- Kwantitatieve analyse van kobalt in extracten van meststoffen met behulp van atoomabsorptiespectrometrie	93/1/EEG	9.6.
- Kwantitatieve analyse van koper in extracten van meststoffen met behulp van atoomabsorptiespectrometrie	93/1/EEG	9.7.
- Kwantitatieve analyse van ijzer in extracten van meststoffen met behulp van atoomabsorptiespectrometrie	93/1/EEG	9.8.
- Kwantitatieve analyse van mangaan in extracten van meststoffen met behulp van atoomabsorptiespectrometrie	93/1/EEG	9.9.
- Kwantitatieve analyse van molybdeen in extracten van meststoffen met behulp van spectrofotometrie van een complex met ammoniumthiocyanaat	93/1/EEG	9.10.
- Kwantitatieve analyse van zink in extracten van meststoffen met behulp van atoomabsorptiespectrometrie	93/1/EEG	9.11.
<b><u>Spoorelementen met een gehalte van meer dan 10 %</u></b>	<b><u>Richtlijn</u></b>	<b><u>Methode</u></b>
- Extractie van spoorelementen totaal	95/8/EG	10.1.
- Extractie van in water oplosbare spoorelementen	95/8/EG	10.2.
- Verwijdering van organische verbindingen in extracten van meststoffen	95/8/EG	10.3.
- Kwantitatieve analyse van spoorelementen in extracten van meststoffen met behulp van atoomabsorptiespectrometrie (Algemene werkwijze)	95/8/EG	10.4.
- Kwantitatieve analyse van boor in extracten van meststoffen - Titratiemethode (acidimetrisch)	95/8/EG	10.5.
- Kwantitatieve analyse van kobalt in extracten van meststoffen - Gravimetrische methode met 1-nitroso-2-naftol	95/8/EG	10.6.
- Kwantitatieve analyse van koper in extracten van meststoffen - Titratiemethode	95/8/EG	10.7.

- Dosage du bore dans les extraits d'engrais - Méthode par spectrophotométrie à l'azométhine-H	93/1/CEE	9.5.
- Dosage du cobalt dans les extraits d'engrais - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique	93/1/CEE	9.6.
- Dosage du cuivre dans les extraits d'engrais - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique	93/1/CEE	9.7.
- Dosage du fer dans les extraits d'engrais - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique	93/1/CEE	9.8.
- Dosage du manganèse dans les extraits d'engrais - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique	93/1/CEE	9.9.
- Dosage du molybdène dans les extraits d'engrais par spectrophotométrie d'un complexe avec le thiocyanate d'ammonium	93/1/CEE	9.10.
- Dosage du zinc dans les extraits d'engrais - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique	93/1/CEE	9.11.
<u>Oligo-éléments d'une teneur supérieure à 10 %</u>	<u>Directive</u>	<u>Méthode</u>
- Extraction des oligo-éléments totaux	95/8/CE	10.1.
- Extraction des oligo-éléments solubles dans l'eau	95/8/CE	10.2.
- Elimination des composés organiques dans les extraits d'engrais	95/8/CE	10.3.
- Dosage des oligo-éléments dans les extraits d'engrais par spectrométrie d'absorption atomique (Mode opératoire général)	95/8/CE	10.4.
- Dosage du bore dans les extraits d'engrais - Méthode par titration acidimétrique	95/8/CE	10.5.
- Dosage du cobalt dans les extraits d'engrais - Méthode gravimétrique avec le 1-nitroso-naphtol	95/8/CE	10.6.
- Dosage du cuivre dans les extraits d'engrais - Méthode titrimétrique	95/8/CE	10.7.

- Kwantitatieve analyse van ijzer in extracten van meststoffen met behulp van atoomabsorptiespectrometrie	95/8/EG	10.8.
- Kwantitatieve analyse van mangaan in extracten van meststoffen - Titratiemethode met permanganaat	95/8/EG	10.9.
- Kwantitatieve analyse van molybdeen in extracten van meststoffen - Gravimetrische methode met behulp van 8-hydroxychinoline	95/8/EG	10.10.
- Kwantitatieve analyse van zink in extracten van meststoffen met behulp van atoomabsorptiespectrometrie	95/8/EG	10.11.

---

- Dosage du fer dans les extraits d'engrais - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique	95/8/CE	10.8.
- Dosage du manganèse dans les extraits d'engrais - Méthode par titration du permanganate	95/8/CE	10.9.
- Dosage du molybdène dans les extraits d'engrais - Méthode gravimétrique au moyen de 8-hydroxyquinoléine	95/8/CE	10.10.
- Dosage du zinc dans les extraits d'engrais - Méthode par spectrométrie d'absorption atomique	95/8/CE	10.11.

---

## HOOFDSTUK III

### BEPALING VAN STIKSTOF, FOSFOR, KALIUM, MAGNESIUM, CHLOOR BIJ AANWEZIGHEID VAN ORGANISCHE STOF

#### BNL-N-0 :

#### Kwalitatieve bepaling van ammonium-, nitraat-, en ureumstikstof

#### 1. Doel en toepassingsgebied

In dit voorschrift worden methoden beschreven waarmee de aanwezigheid van ammonium-, nitraat-, en ureumstikstof kan worden aangetoond in de producten, voorkomend in Bijlage I van de Reglementering. De aan- of afwezigheid van deze stikstofvormen dient te worden vastgesteld bij toepassing van methoden BNL-N-1, N-2, N-3, N-4, N-5, N-6, N-8, en N-9. Gehalten lager dan de aantoonbaarheidsgrens kunnen als verwaarloosbaar beschouwd worden.

#### 2. Principe

Een geklaard, gefiltreerd waterig extract van het monster wordt onderworpen aan de volgende kwalitatieve testen:

- ammoniumstikstof: neerslagvorming met Nessler-reagens;
- nitraatstikstof: kleuring met ferrosulfaat in zuur milieu;
- voor ureumstikstof: kleuring met para-dimethylaminobenzaldehyde (p-DMAB)

De interpretatie gebeurt aan de hand van een blanco- en 2 standaardoplossingen, één overeenstemmend met de aantoonbaarheidsgrens en één overeenstemmend met een 10-voudig, duidelijk waarneembaar gehalte.

#### 3. Reagentia en hulpmiddelen

##### 3.1. Actieve koolpoeder

##### 3.2. Carrez I oplossing

Los 219 g zinkacetaat ( $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ) op in water, voeg 30 g azijnzuur ( $CH_3COOH$ ,  $p_{20} = 1,05$  g/ml) toe en vul met water aan tot 1 liter en meng.

## CHAPITRE III

DETERMINATION DE L'AZOTE, DU PHOSPHORE, DU POTASSIUM, DU MAGNESIUM,  
DU CHLORE EN PRESENCE DE MATIERES ORGANIQUES

## BNL-N-O :

## Détermination qualitative de l'azote ammoniacal, nitrique et uréique

1. **Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit des méthodes pour mettre en évidence la présence d'azote ammoniacal, nitrique et uréique dans les produits figurant dans l'annexe I de la Réglementation. La présence ou l'absence de ces formes azotées doit être établie par l'application des méthodes BNL-N-1, N-2, N-3, N-4, N-5, N-6, N-7, N-8 et N-9. Des teneurs inférieures à la limite de détection peuvent être considérées comme négligeables.

2. **Principe**

Un extrait aqueux filtré et clarifié de l'échantillon est soumis aux tests qualitatifs suivants :

- azote ammoniacal : précipitation avec le réactif Nessler ;
- azote nitrique : coloration avec le sulfate ferreux en milieu acide ;
- azote uréique : coloration avec le paradiméthylaminobenzaldéhyde (p-DMAB).

L'interprétation se fait sur base d'une solution à blanc et de 2 solutions standards : l'une correspondant à la limite de détection, l'autre correspondant à une teneur nettement observable, dix fois supérieure.

3. **Réactifs et accessoires**3.1. **Charbon actif**3.2. **Solution Carrez I**

Dissoudre dans l'eau 219 g d'acétate de zinc ( $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ), ajouter 30 g d'acide acétique ( $CH_3COOH$ ,  $\rho_{20} = 1,05$  g/ml), porter à 1 litre avec de l'eau et mélanger.

## 3.3. Carrez II oplossing

Los 106 g kaliumhexacyanoferraat ( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ) op in 1 liter water.

3.4. Kwikchloride-oplossing,  $c(HgCl_2) = 0,05 \text{ mol/l}$ 

Los 1,36 g kwikchloride (*ZEER GIFTIG!*) op in water, voeg vervolgens 3,6 g kaliumjodide (KI) toe, los op en vul met water aan tot 100 ml en meng.

## 3.5. Nessler-reagens

Meng 100 ml kwikchloride-oplossing (3.4) met 30 ml natriumhydroxide-oplossing ( $c(NaOH) = 10 \text{ mol/liter}$ ).

3.6. Zwavelzuur,  $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 36 \text{ mol/liter}$ ;  $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$ 3.7. Ferrosulfaat ( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ )3.8. Zoutzuuroplossing,  $c(HCl) = 12 \text{ mol/liter}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ 

## 3.9. Para-dimethylaminobenzaldehyde-oplossing (p-DMAB)

Los 1,6 g p-DMAB op in een mengsel van 100 ml ethanol (96 % v/v) en 10 ml zoutzuuroplossing (3.8).

Opmerking

*In het donker is deze oplossing ongeveer 1 maand houdbaar.*

## 3.10. Ammoniumoplossing, 0,05 % N (m/v)

Los 0,236 g ammoniumsulfaat ( $(NH_4)_2SO_4$ ) op in 100 ml water.

## 3.11. Ammoniumoplossing, 0,005 % N (m/v)

Verdun de oplossing van 0,05 % (3.10) 10 maal met water.

## 3.12. Nitraatoplossing, 0,5 % N (m/v)

Los 3,014 g natriumnitraat ( $NaNO_3$ ) op in 100 ml water.

## 3.13. Nitraatoplossing, 0,05 % N (m/v)

Verdun de oplossing van 0,5 % (3.12) 10 maal met water.



- 3.3. Solution Carrez II  
Dissoudre dans l'eau 106 g d'hexacyanoferrate de potassium ( $K_4Fe(II)(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ), compléter à 1 litre avec de l'eau et mélanger.
- 3.4. Solution de chlorure de mercure,  $c(HgCl_2) = 0,05 \text{ mol/l}$   
Dissoudre 1,36 g de chlorure de mercure (TRES TOXIQUE !) dans l'eau, ajouter ensuite 3,6 g d'iodure de potassium (KI), dissoudre, porter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.
- 3.5. Réactif Nessler  
Mélanger 100 ml de solution de chlorure de mercure (3.4) avec 30 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium ( $c(NaOH) = 10 \text{ mol/l}$ ).
- 3.6. Acide sulfurique,  $c(1/2 H_2SO_4) = 36 \text{ mol/l}$  ;  $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$
- 3.7. Sulfate ferreux ( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ )
- 3.8. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(HCl) = 12 \text{ mol/l}$  ;  $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$
- 3.9. Solution de paradiméthylaminobenzaldéhyde (p-DMAB)  
Dissoudre 1,6 g de p-DMAB dans un mélange de 100 ml d'éthanol (96 % v/v) et 10 ml d'acide chlorhydrique (3.8.).
- Remarque  
*A l'abri de la lumière cette solution se conserve environ 1 mois.*
- 3.10. Solution d'ammonium, 0,05 % N (m/v)  
Dissoudre 0,236 g de sulfate d'ammonium ( $(NH_4)_2SO_4$ ) dans 100 ml d'eau.
- 3.11. Solution d'ammonium à 0,005 % N (m/v)  
Diluer 10 fois la solution à 0,05 % (3.10) dans de l'eau.
- 3.12. Solution nitrique à 0,5 % N (m/v)  
Dissoudre 3,014 g de nitrate sodique ( $NaNO_3$ ) dans 100 ml d'eau.
- 3.13. Solution nitrique à 0,05 % N (m/v)  
Diluer 10 fois la solution à 0,5 % (3.12.) dans de l'eau.

3.14. Ureumoplossing, 0,5 % N (m/v)

Los 1,071 g ureum ( $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ ) op in 100 ml water.

3.15. Ureumoplossing, 0,05 % N (m/v)

Verdun de oplossing van 0,5 % (3.14) 10 maal met water.

4. **Bereiding van het analysemonster**

Zie Hoofdstuk I.

5. **Werkwijze**

5.1. Extractie van het monster

Weeg 5 g analysemonster, tot op 0,1 g nauwkeurig, af in een erlenmeyer van 100 ml. Voeg ca. 0,5 g actieve koolpoeder (3.1) toe en 40 ml water en schud gedurende 1 minuut. Voeg vervolgens 5 ml Carrez-I oplossing (3.2) toe en, na omzwenken, 5 ml Carrez-II oplossing (3.3). Schud nogmaals één minuut en filtreer door een papieren vouwfilter.

5.2. Kwalitatieve bepaling van ammoniumstikstof

Pipetteer in een reeks reageerbuisen 5 ml van de volgende oplossingen: water, de beide ammoniumoplossingen van resp. 0,005 % N (3.11) en 0,05 % N (3.10) en het monsterextract. Voeg aan elke reageerbuis enkele druppels Nessler-reagens (3.5) toe. De onmiddellijke vorming van een bruinrood neerslag wijst op de aanwezigheid van ammoniumstikstof.

5.3. Kwalitatieve bepaling van nitraatstikstof

Pipetteer in een reeks reageerbuisen 5 ml van de volgende oplossingen: water, de beide nitraatoplossingen van resp. 0,05 % N (3.13) en 0,5 % N (3.12) en het monsterextract. Voeg aan elke reageerbuis enkele druppels geconcentreerd zwavelzuur (3.6) toe en ca. 1 g ferrosulfaat (3.7). Schud de buis en laat de kristallen bezinken. Houd de buis schuin en voeg vervolgens langs de wand langzaam enkele ml zwavelzuur (3.6) toe, zonder de inhoud van de reageerbuis te mengen. Bij aanwezigheid van nitraatstikstof vormt zich boven de laag kristallen een roze-paarsbruine-zwarte ringvormige verkleuring.

3.14. Solution uréique à 0,5 % N (m/v)  
Dissoudre 1,071 g d'urée ((NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>CO) dans 100 ml d'eau.

3.15. Solution uréique à 0,05 % N (m/v)  
Diluer 10 fois la solution à 0,5 % (3.14.) dans de l'eau.

#### 4. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir Chapitre I.

#### 5. Mode opératoire

##### 5.1. Extraction de l'échantillon

Peser 5 g, à 0,1 g près, de l'échantillon à analyser dans un Erlenmeyer de 100 ml. Ajouter env. 0,5 g de charbon actif (3.1.) et 40 ml d'eau et agiter durant une minute. Ensuite, ajouter 5 ml de solution Carrez-I (3.2.) et, après agitation, 5 ml de solution Carrez-II (3.3.). Agiter encore une minute et filtrer sur un filtre plissé en papier.

##### 5.2. Détermination qualitative de l'azote ammoniacal

Introduire à la pipette 5 ml des solutions suivantes dans une série d'éprouvettes : eau, les deux solutions ammoniacales respectivement à 0,005 % N (3.11.) et à 0,05 % N (3.10.) et l'extrait de l'échantillon. Ajouter quelques gouttes de réactif Nessler (3.5.) dans chaque éprouvette. La formation immédiate d'un précipité brun-rouge indique la présence d'azote ammoniacal.

##### 5.3. Détermination qualitative de l'azote nitrique

Introduire à la pipette 5 ml des solutions suivantes dans une série d'éprouvettes : eau, les deux solutions nitriques respectivement à 0,05 % N (3.13.) et à 0,5 % N (3.12.), et l'extrait de l'échantillon. Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique concentré (3.6.) et environ 1 g de sulfate ferreux (3.7.) dans chaque éprouvette. Agiter, puis laisser les cristaux se déposer. Incliner l'éprouvette et verser ensuite lentement quelques ml d'acide sulfurique (3.6.) le long de la paroi de l'éprouvette, sans mélanger le contenu de l'éprouvette. En cas de présence d'azote nitrique, une coloration rose-brun violet-noir en forme d'anneau se forme au-dessus de la couche des cristaux.

#### 5.4. Kwalitatieve bepaling van ureumstikstof

Pipetteer in een reeks reageerbuisen 5 ml van de volgende oplossingen : water, de beide ureumoplossingen van resp. 0,05 % N (3.15) en 0,5 % N (3.14) en het monsterextract. Voeg aan elke reageerbuis enkele druppels zoutzuuroplossing (3.8) toe en meng. Voeg vervolgens voorzichtig exact 5 druppels p-DMAB-oplossing (3.9) toe, zonder de inhoud van de reageerbuis te mengen. Bij aanwezigheid van ureumstikstof vormt zich na een paar minuten in de bovenste zone van de vloeistof een gele kleur.

#### 6. Interpretatie van het resultaat

Beoordeel elke kwalitatieve bepaling aan de hand van de blanco- en de standaardoplossingen :

De ammoniumoplossing van 0,005 % N komt overeen met een gehalte in het monster van 0,05 % N;

De nitraatoplossing van 0,05 % N komt overeen met een gehalte in het monster van 0,5 % N;

De ureumoplossing van 0,05 % N komt overeen met een gehalte in het monster van 0,5 % N.

Lagere gehalten zijn niet aantoonbaar en kunnen als verwaarloosbaar beschouwd worden bij toepassing van de methoden voor de stikstofbepaling uit Hoofdstuk III van Beschikking M (78) 10 en de bijlage van Beschikking M (82) 8.

#### 7. Opmerkingen

Indien organische stof afwezig is, is de behandeling met actieve kool en de Carrez-oplossingen overbodig. Gekleurde extracten dienen wel steeds met actieve kool behandeld te worden.

---

#### 5.4. Détermination qualitative de l'azote uréique

Introduire à la pipette 5 ml des solutions suivantes dans une série d'éprouvettes : eau, les deux solutions uréiques respectivement à 0,05 % N (3.15.) et à 0,5 % N (3.14.), et l'extrait de l'échantillon. Ajouter quelques gouttes de solution d'acide chlorhydrique (3.8.) dans chaque éprouvette et mélanger. Ensuite, ajouter prudemment tout juste 5 gouttes de solution p-DMAB (3.9.), sans mélanger le contenu de l'éprouvette. En présence d'azote uréique, une coloration jaune se forme après quelques minutes dans la zone supérieure du liquide.

#### 6. Interprétation du résultat

Interpréter chaque dosage qualitatif par comparaison avec les solutions à blanc et standards.

La solution ammoniacale à 0,005 % N correspond à une teneur de 0,05 % N dans l'échantillon.

La solution nitrique à 0,05 % N correspond à une teneur de 0,5 % N dans l'échantillon.

La solution uréique à 0,05 % N correspond à une teneur de 0,5 % N dans l'échantillon.

Les teneurs inférieures ne peuvent pas être mises en évidence et peuvent être considérées comme négligeables par application des méthodes de détermination de l'azote au Chapitre III de la Décision M (78) 10 et à l'annexe de la Décision M (82) 8.

#### 7. Observations

Le traitement au charbon actif et aux solutions Carrez est superflu à défaut de matière organique. Les extraits colorés doivent cependant toujours être traités au charbon actif.

---

**Methode BNL-N-1 :****Bepaling van stikstof totaal bij afwezigheid van nitraten en in aanwezigheid van organische stof****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan stikstof totaal bij afwezigheid van nitraten en bij aanwezigheid van organische stof in alle producten opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Het monster wordt gemineraliseerd met zwavelzuur in aanwezigheid van een katalysator, waarbij de organisch gebonden stikstof wordt omgezet in ammoniumstikstof (principe van Kjeldahl). Na toevoeging van een overmaat natriumhydroxide-oplossing wordt de ammoniak door destillatie uitgedreven en opgevangen in een bekende, meer dan voldoende hoeveelheid gesteld zwavelzuur. De overmaat zuur wordt teruggetitreerd met natriumhydroxide-oplossing van bepaalde molariteit.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

- 3.1. Zwavelzuur,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ mol/liter}$ ;  $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$
- 3.2. Kaliumsulfaat ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ )
- 3.3. Koperoxide ( $\text{CuO}$ ) of kopersulfaat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )
- 3.4. Puimsteen, met zoutzuur gewassen en daarna gegloeid
- 3.5. Zinkkorrels
- 3.6. Natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$   
Los 400 g natriumhydroxide op in ca. 800 ml water, koel af, vul met water aan tot 1 liter en meng.

**Méthode BNL-N-1:**  
**Détermination de la teneur en azote total en l'absence de nitrates et en présence de matières organiques**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en azote total en l'absence de nitrates et en présence de matières organiques dans tous les produits figurant dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

L'échantillon est minéralisé à l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur, l'azote lié organiquement étant converti en azote ammoniacal (principe de Kjeldahl). Après l'addition d'un excès de solution d'hydroxyde de sodium, l'ammoniac est entraîné par distillation 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 molarité déterminée.

**3. Réactifs et accessoires**

- 3.1. Acide sulfurique,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$
- 3.2. Sulfate de potassium ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ )
- 3.3. Oxyde de cuivre ( $\text{CuO}$ ) ou sulfate de cuivre ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )
- 3.4. Pierre ponce lavée à l'acide chlorhydrique et ensuite calcinée
- 3.5. Zinc en granulés
- 3.6. Solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$   
Dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium dans env. 800 ml d'eau, refroidir, porter à 1 l avec de l'eau et mélanger.

- 3.7. Zwavelzuur, gestelde oplossing,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.8. Zwavelzuur, gestelde oplossing,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$
- 3.9. Natriumhydroxide-oplossing (vrij van carbonaten), gestelde oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.10. Natriumhydroxide-oplossing (vrij van carbonaten), gestelde oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$
- 3.11. Indicatoroplossing
- 3.11.1. Mengindicatoroplossing
- Los 1 g methylrood op in 37 ml natriumhydroxide-oplossing (3.9) en vul met water aan tot 1 liter en meng. Los 1 g methyleen-blauw op in 1 liter water. Meng één volumedeel methylroodoplossing met twee volumedelen methyleenblauw-oplossing. Deze indicator is violet in zuur milieu, grijs bij  $\text{pH} = 5,4$  en groen in alkalisch milieu.
- 3.11.2. Methylroodoplossing
- Los 0,1 g methylrood op in 50 ml ethanol 96 % (v/v), vul aan met water tot 100 ml, meng en filtreer.
- 3.12. Acetanilide ( $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}$ )
- 3.13. Sacharose ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ )
- 3.14. Lakmoespapier



- 3.7. Acide sulfurique, solution titrée,  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.8. Acide sulfurique, solution titrée,  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$
- 3.9. Solution d'hydroxyde de sodium (exempte de carbonates), solution titrée,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.10. Solution d'hydroxyde de sodium (exempte de carbonates), solution titrée,  $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$
- 3.11. Solution d'indicateur
- 3.11.1. Solution d'indicateur mixte  
Dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 37 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium (3.9), porter à 1 l avec de l'eau et mélanger. Dissoudre 1 g de bleu de méthylène dans 1 l d'eau. Mélanger un volume de la solution de rouge de méthyle avec deux volumes de solution de bleu de méthylène. Cet indicateur est violet en milieu acide, gris à un  $\text{pH} = 5,4$  et vert en milieu alcalin.
- 3.11.2. Solution de rouge de méthyle  
Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol à 96 % (v/v) et porter à 100 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer.
- 3.12. Acétanilide ( $\text{C}_8 \text{H}_9 \text{NO}$ )
- 3.13. Saccharose ( $\text{C}_{12} \text{H}_{22} \text{O}_{11}$ )
- 3.14. Papier indicateur

#### 4. Apparatuur

Apparaten waarmee handelingen in verband met destructie, destillatie en titratie volgens Kjeldahl kunnen worden verricht (bijv. Apparatuur als beschreven bij methode 2.1. van richtlijn 77/535/EEG, P.B. Nr. L 213 van 22.8.1977).

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

#### 6. Werkwijze

##### 6.1. Destructie

Weeg, op 1 mg nauwkeurig, een hoeveelheid van het analysemonster af die ten hoogste 250 mg stikstof bevat en breng dit in de destructiekolf. Voeg 10 à 15 g kaliumsulfaat (3.2.) toe, 0,3 tot 0,4 g koperoxide of 0,95 tot 1,25 g kopersulfaat (3.3), 25 ml zwavelzuur (3.1.) en enkele puimsteentjes (3.4.) en meng. Verhit de kolf eerst matig onder af en toe omzwenken totdat verkoling heeft plaatsgevonden en er geen schuimvorming meer optreedt; verhit daarna sterker tot de vloeistof gelijkmatig kookt. Kook nog één uur na het helder worden van de vloeistof en koel vervolgens af (zie opmerking 9.2).

##### Opmerking

*De destructie verloopt correct als de zwavelzuurdampen tegen de kolfwand condenseren. Let erop dat de wand niet oververhit raakt en dat er geen organische stof aan de wand gaat vastzitten.*

##### 6.2. Destillatie

Voeg voorzichtig een voldoende hoeveelheid water toe zodat de sulfaten volledig oplossen en koel af. Voeg enkele zinkkorrels (3.5) toe. Pipetteer afhankelijk van het te verwachten gehalte aan stikstof (zie opmerking 9.3) 25 ml zwavelzuur (3.7) of (3.8) in de opvangfles van het destillatie-apparaat. Voeg 0,4 ml mengindicatoroplossing of 5 druppels methylroodoplossing (3.11) toe. Sluit de fles aan op de koeler van het destillatie-apparaat en dompel het uiteinde van de koeler ten minste 1 cm onder het oppervlak van de vloeistof. Giet langzaam voldoende natriumhydroxide-oplossing (3.6) in de destructiekolf zonder ammoniakverlies te veroorzaken (zie opmerking 9.1).

#### 4. Appareillage

Appareils permettant de réaliser les opérations de minéralisation, de distillation et de titration selon Kjeldahl (p.ex. Appareillage prévu à la méthode 2.1 de la directive 77/535/CEE, J.O. No L 213 du 22.8.1977).

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir Chapitre I.

#### 6. Mode opératoire

##### 6.1. Minéralisation

Peser à 1 mg près une quantité de l'échantillon à analyser, contenant au maximum 250 mg d'azote et introduire la prise d'essai dans le ballon de l'appareil de minéralisation. Ajouter 10 à 15 g de sulfate de potassium (3.2.), 0,3 à 0,4 g d'oxyde de cuivre ou 0,95 à 1,25 g de sulfate de cuivre (3.3), 25 ml d'acide sulfurique (3.1.) et quelques grains de pierre ponce (3.4.) et mélanger. Chauffer le ballon d'abord avec modération et en agitant de temps en temps, jusqu'à carbonisation de la masse et disparition de l'écume; chauffer ensuite plus intensément jusqu'à ébullition régulière du liquide. Chauffer encore une heure après que le liquide soit devenu limpide et refroidir ensuite (cf. remarque 9.2).

##### Observation

*La minéralisation se déroule correctement lorsque les vapeurs acides se condensent sur la paroi du ballon. Éviter la surchauffe de la paroi et l'adhérence de particules organiques à la paroi.*

##### 6.2. Distillation

Ajouter avec précaution une quantité suffisante d'eau pour garantir une dissolution complète des sulfates et laisser refroidir. Ajouter quelques grains de zinc (3.5.). Introduire à l'aide d'une pipette dans le flacon collecteur de l'appareil à distiller 25 ml d'acide sulfurique (3.7.) ou (3.8.), en fonction de la teneur présumée en azote (cf. observation 9.3.). Ajouter 0,4 ml de la solution d'indicateur mixte ou 5 gouttes de la solution de rouge de méthyle (3.11.). Connecter le flacon au réfrigérant de l'appareil à distiller et plonger l'extrémité de ce dernier sur une hauteur de 1 cm au moins dans le liquide. Verser lentement une quantité suffisante de solution d'hydroxyde de sodium (3.6.) dans le ballon de minéralisation sans provoquer de perte d'ammoniac (cf. observation 9.1.).

Opmerking

*In het algemeen is 100 ml voldoende (met enkele druppels fenolftaleïne kan een controle worden toegepast; de vloeistof in de kolf dient ook na beëindiging van de destillatie duidelijk alkalisch te zijn).*

*Verhit de kolf tot ca. 150 ml is overgedestilleerd en controleer met lakmoespapier (3.14) of de destillatie volledig is.*

## 6.3. Titratie

Titreer de overmaat zwavelzuur in de opvangfles met behulp van natriumhydroxide-oplossing (3.9) of (3.10) al naargelang de molariteit van het gebruikte zwavelzuur.

## 6.4. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling (destructie, destillatie en titratie). Neem in plaats van het analysemonster 1 g sacharose (3.13).

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan stikstof totaal uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N) met de volgende formule:

$$w_n = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14}{1000 \cdot m} \cdot 100 \%$$

waarin:

$w_N$  het gehalte aan stikstof totaal is, in % (m/m)

$v_0$  het volume (ml) natriumhydroxide-oplossing (3.9 of 3.10) is, gebruikt bij de titratie in de blancobepaling

$v_1$  het volume (ml) van de bij de titratie gebruikte natriumhydroxide-oplossing is (3.9 of 3.10)

$c$  de molariteit (mol/liter) is van de natriumhydroxide-oplossing (3.9 of 3.10)

$m$  de massa (g) is van het analysemonster

Observation

100 ml suffisent généralement (un contrôle peut être effectué avec quelques gouttes de phénolphtaléine; le liquide se trouvant dans le ballon doit encore être nettement alcalin lorsque la distillation est terminée).

Chauffer le ballon jusqu'à distillation d'environ 150 ml et contrôler avec le papier indicateur si la distillation est totale.

## 6.3. Titration

Titrer dans le flacon collecteur l'excès d'acide sulfurique à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9.) ou (3.10.) selon la molarité de l'acide sulfurique utilisé.

## 6.4. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc (minéralisation, distillation et titration). Utiliser 1 g de saccharose (3.13.) au lieu de l'échantillon.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en azote total exprimée en pourcentage de masse d'azote (% N) à l'aide de la formule suivante :

$$w_N = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14}{1000 \cdot m} \cdot 100 \%$$

où

$w_N$  est la teneur en azote total exprimée en % (m/m)

$v_0$  est le volume (ml) de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9 ou 3.10) utilisée pour la titration de la détermination à blanc

$v_1$  est le volume (ml) de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour la titration

$c$  est la molarité (mol/l) de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9 ou 3.10)

$m$  est la masse (g) de la prise d'essai

**8. Controle van de methode**

Voer de analyse (destructie, destillatie en titratie) uit met behulp van 1,5 tot 2,0 acetanilide (3.12) in aanwezigheid van 1 g sacharose (3.13); 1 g acetanilide verbruikt 14,80 ml zwavelzuur (3.8). Het terugvindingspercentage dient ten minste 99 % te bedragen.

**9. Opmerkingen**

- 9.1. Het gebruik van semi-automatische of automatische destillatie- en titratieapparatuur is eveneens toegelaten.
  - 9.2. Indien de vloeistof na destructie volledig uitkristalliseert, herhaal dan de bepaling met een grotere hoeveelheid zwavelzuur (3.1).
  - 9.3. Voor producten met een laag stikstofgehalte kan het volume aan zwavelzuur (3.7) dat in de opvangkolf moet worden gepipetteerd, worden verlaagd tot 10 of tot 15 ml en met water tot 25 ml worden aangevuld. Gebruik bij producten met een zeer hoog gehalte aan stikstof, bijvoorbeeld ureum, 35 ml zwavelzuur (3.8). Houd rekening met deze hoeveelheden bij de berekening van de resultaten.
-

**8. Contrôle de la méthode**

Effectuer l'analyse (minéralisation, distillation et titration) à l'aide de 1,5 à 2,0 g d'acétanilide (3.12.) en présence de 1 g de saccharose (3.13.); 1 g d'acétanilide consomme 14,80 ml d'acide sulfurique (3.8.). La récupération doit être de 99 % au moins.

**9. Observations**

- 9.1. L'utilisation d'appareil semi-automatique ou automatique pour la distillation et la titration est également autorisée.
  - 9.2. Si le liquide se cristallise complètement après la minéralisation, recommencer la détermination en utilisant une plus grande quantité d'acide sulfurique (3.1.)
  - 9.3. Pour les produits à faible teneur en azote, le volume d'acide sulfurique (3.7.) à introduire à l'aide d'une pipette dans le ballon collecteur peut être réduit à 10 ou à 15 ml et porté à 25 ml par addition d'eau. Utiliser pour les produits à très haute teneur en azote, p.ex. pour l'urée, 35 ml d'acide sulfurique (3.8.). Tenir compte de ces volumes dans le calcul des résultats.
-

**Methode BNL-N-2 :****Bepaling van ammoniumstikstof bij aanwezigheid van organische stof****1. Doel en toepassingsgebied**

Naargelang de samenstelling van het monster kunnen twee verschillende methoden voor de bepaling van ammoniumstikstof bij aanwezigheid van organische stof worden toegepast. Deze beide methoden worden hieronder A en B genoemd.

Methode A is toepasbaar voor alle producten die organische stof bevatten en opgenomen zijn in Bijlage I van de Reglementering en welke ammoniumstikstof bevatten.

Methode B is toepasbaar voor alle producten die organische stof bevatten en opgenomen zijn in Bijlage I van de Reglementering, met uitzondering van die, welke ureumstikstof bevatten.

**2. Principe**

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

*Methode A*

De ammoniak wordt volgens de microdiffusiemethode volgens Conway met kaliumcarbonaat uitgedreven, opgevangen in een boorzuoroplossing en getitreerd met zwavelzuur van bekende molariteit.

*Methode B*

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



**Méthode BNL-N-2:****Détermination de la teneur en azote ammoniacal en présence de matières organiques****1. Objet et domaine d'application**

Selon la composition de l'échantillon, deux méthodes différentes de détermination de la teneur en azote ammoniacal peuvent être appliquées en présence de matières organiques. Ces deux méthodes sont dénommées ci-après A et B.

La méthode A est applicable à tous les produits contenant des matières organiques et mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation et qui renferment de l'azote ammoniacal.

La méthode B est applicable à tous les produits contenant des matières organiques et mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation, à l'exclusion des produits qui renferment de l'azote uréique.

**2. Principe**

La prise d'essai est agitée au culbuteur avec de l'eau. La solution obtenue est déféquée au moyen d'acide trichloracétique et filtrée ensuite. Selon la composition de l'échantillon (voir domaine d'application), l'azote ammoniacal est dosé dans le filtrat selon la méthode A ou B.

***Méthode A***

L'ammoniac est déplacé par du 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 molarité connue.

***Méthode B***

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

### 3. Reagentia en hulpmiddelen

#### Methoden A en B

- 3.1. Trichloorazijnzuuroplossing, 20 % (m/v);  $c(\text{CCl}_3\text{COOH}) = 1,22 \text{ mol/l}$   
(GIFTIG !)

Los 20 g trichloorazijnzuur op in 100 ml water.

- 3.2. Ammoniumsulfaat  $((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4)$

#### Methode A

- 3.3. Mengindicator

Los 33 mg broomcresolgroen en 66 mg methylrood op in 100 ml ethanol 96% (v/v). Deze indicator wordt donkerrood in zuur milieu en groen in alkalisch milieu.

- 3.4. Boorzuuroplossing,  $c(\text{H}_3\text{BO}_3) \approx 0,16 \text{ mol/l}$

Weeg 10 g boorzuur af in een maatkolf van 1 liter en los op in 200 ml ethanol 96 % (v/v) 700 ml water. Voeg 10 ml mengindicator (3.10.1.) toe en meng. Neutraliseer zonodig met natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , tot zwak rode kleur. Vul met water aan tot 1 liter en meng.

- 3.5. Verzadigde kaliumcarbonaatoplossing

Weeg 100 g kaliumcarbonaat ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) af en voeg 100 ml water toe. Verwarm het mengsel onder voortdurend roeren tot de vloeistof enkele minuten kookt, koel af en filtreer.

- 3.6. Zwavelzuur, gestelde oplossing,  $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,02 \text{ mol/l}$

#### Methode B

- 3.7. Magnesiumoxide ( $\text{MgO}$ )

- 3.8. Zwavelzuur, gestelde oplossing,  $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$

- 3.9. Natriumhydroxide-oplossing (vrij van carbonaten), gestelde oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

### 3. Réactifs et accessoires

#### *Méthodes A et B*

- 3.1. Solution d'acide trichloracétique, 20 % (m/v);  $c(\text{CCl}_3\text{COOH}) = 1,22 \text{ mol/l}$   
**(TOXIQUE !)**  
Dissoudre 20 g d'acide trichloracétique dans 100 ml d'eau.

- 3.2. Sulfate d'ammonium ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ )

#### *Méthode A*

- 3.3. Indicateur mixte  
Dissoudre 33 mg de vert de bromocrésol et 66 mg de rouge de méthyle dans 100 ml d'éthanol à 96 % (v/v). La couleur de cet indicateur vire du rouge foncé en milieu acide au vert en milieu alcalin.
- 3.4. Solution d'acide borique,  $c(\text{H}_3\text{BO}_3) \approx 0,16 \text{ mol/l}$   
Peser 10 g d'acide borique dans un ballon jaugé de 1 litre et dissoudre dans 200 ml d'éthanol à 96 % (v/v) et 700 ml d'eau. Ajouter 10 ml de l'indicateur mixte (3.10.1.) et mélanger. Neutraliser au besoin avec une solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  jusqu'à obtention d'une coloration légèrement rouge. Porter à 1 litre avec de l'eau et mélanger.
- 3.5. Solution saturée de carbonate de potassium  
Peser 100 g de carbonate de potassium ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) et ajouter 100 ml d'eau. Chauffer le mélange sous agitation continue jusqu'à ébullition du liquide pendant quelques minutes, laisser refroidir et filtrer.
- 3.6. Acide sulfurique, solution titrée,  $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,02 \text{ mol/l}$

#### *Méthode B*

- 3.7. Oxyde de magnésium (MgO)
- 3.8. Solution titrée d'acide sulfurique,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.9. Solution titrée d'hydroxyde de sodium (exempte de carbonates),  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

### 3.10. Indicatoroplossing

#### 3.10.1 Mengindicatoroplossing

Los 1 g methylrood op in 37 ml natriumhydroxide-oplossing (3.3) en vul met water aan tot 1 liter. Los 1 g methyleenblauw op in 1 liter water. Meng één volumedeel methylroodoplossing met twee volumedelen methyleenblauwoplossing. Deze indicator is violet in zuur milieu, grijs bij pH 5,4 en groen in alkalisch milieu.

Gebruik van deze oplossing 0,4 ml.

#### 3.10.2. Methylroodoplossing

Los 0,1 g methylrood op in 50 ml ethanol van 96 % (v/v), vul aan met water tot 100 ml, meng en filtreer.

Gebruik van deze oplossing 4 à 5 druppels.

### 3.11. Antischuimmiddel (bijvoorbeeld 1- of 2-octanol)

## 4. Apparatuur

### *Methoden A en B*

- 4.1. Roteerapparaat met 35-40 omwentelingen per minuut

### *Methode A*

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

- 4.3. Microburet

- 4.4. Micropipet van 1 ml

### *Methode B*

- 4.5. Destillatietoestel als beschreven bij methode 2.1. van richtlijn 77/535/EEG van 22 juni 1977, P.B. Nr. L 213 van 22.8.1977.

## 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

**3.10. Indicateur, solution****3.10.1. Indicateur mixte**

Dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 37 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium (3.3.) et porter à 1 litre avec de l'eau. Dissoudre 1 g de bleu de méthylène dans 1 litre d'eau. Mélanger une part en volume de la solution de rouge de méthyle avec deux parts en volume de la solution de bleu de méthylène. Cet indicateur est violet en milieu acide, gris pour un pH 5,4 et vert en milieu alcalin.

**3.10.2. Solution de rouge de méthyle**

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol à 96 % (v/v), porter à 100 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer.

**3.11. Antimousse (p.ex. 1- ou 2-octanol)****4. Appareillage****Méthodes A et B****4.1. Agitateur rotatif (culbuteur) réglable à 35 à 40 tours par minute****Méthode A****4.2. Capsules de Conway en verre ou en plastique avec couvercle; diamètre de l'anneau intérieur 35 mm, diamètre de l'anneau extérieur 60 mm****4.3. Microburette****4.4. Micropipette de 1 ml****Méthode B****4.5. Appareil à distiller comme décrit à la méthode 2.1. de la directive 77/535/CEE du 22 juin 1977, J.O. No L 213 du 22.8.1977.****5. Préparation de l'échantillon à analyser**

Voir Chapitre I.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Extractie

Weeg, op 1 mg nauwkeurig, 10 g van het analysemonster af in een maatkolf van 200 ml. Voeg 100 ml water toe en laat gedurende 30 minuten roteren (4.1). Voeg vervolgens 50 ml trichloorazijnzuuroplossing (3.1.) toe en zwenk korte tijd om. Vul met water aan tot 200 ml, meng en filtreer door een vouwfilter. Indien methode A wordt toegepast, mag 1 ml van het filtraat ten hoogste 0,3 mg ammoniumstikstof bevatten. Indien de concentratie aan ammoniumstikstof groter is dan 0,3 mg/ml, dient na filtratie, een passende verdunning gemaakt te worden.

### 6.2. Bepaling van ammoniumstikstof

#### *Methode A*

Breng in de binnenring van de Conway-schaal (4.2) ongeveer 1 ml boorzuoroplossing (3.4.). Pipetteer (4.4.) 1 ml van het heldere filtraat in de buitenring van de schaal. Sluit de schaal nagenoeg geheel met het bijbehorende deksel, nadat de randen voldoende zijn ingeplet. Laat hierbij een opening tegenover de plaats waar het filtraat werd toegevoegd. Breng vervolgens langs die opening in de buitenring 1 ml verzadigde kaliumcarbonaatoplossing (3.5.) 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 tenminste 4 uur bij kamertemperatuur staan. Verwijder het deksel en titreer de oplossing in de binnenring met zwavelzuur (3.6) met behulp van een microburet (4.3).

#### *Methode B*

Pipetteer een aliquot van het filtraat, dat niet meer dan 50 mg ammoniumstikstof bevat, in een destillatiekolf. Verdun met water tot ongeveer 200 ml en voeg 1 g magnesiumoxide (3.7.) toe alsmede enkele druppels antischuimmiddel (3.11.). De oplossing dient nu alkalisch te reageren (lakmoes); zo niet, dan dient meer magnesiumoxide toegevoegd te worden.

## 6. Mode opératoire

### 6.1. Extraction

Peser à 1 mg près 10 g de l'échantillon à analyser et introduire cette quantité dans un ballon jaugé de 200 ml. Ajouter 100 ml d'eau et agiter au cubuteur (4.1.) pendant 30 minutes. Ajouter ensuite 50 ml de la solution d'acide trichloracétique (3.1.) et agiter quelques instants à la main. Porter à 200 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer sur filtre plissé. Si la méthode A est appliquée, 1 ml de filtrat ne peut pas contenir plus de 0,3 mg d'azote ammoniacal. Si la teneur en azote ammoniacal est supérieure à 0,3 mg/ml, une dilution appropriée doit être effectuée après la filtration.

### 6.2. Détermination de l'azote ammoniacal

#### *Méthode A*

Introduire dans l'anneau intérieur de la capsule de Conway (4.2.) environ 1 ml de la solution d'acide borique (3.4). Introduire à la pipette (4.4.) 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 (3.5.) et fermer immédiatement et entièrement la capsule.

Manipuler ensuite prudemment de façon à mélanger les liquides dans l'anneau extérieur. Laisser reposer ensuite pendant 1 heure à 40° C ou pendant au moins 4 heures à température ambiante. Enlever le couvercle et titrer la solution dans l'anneau intérieur avec de l'acide sulfurique (3.6.) à l'aide d'une microburette (4.3.).

#### *Méthode B*

Introduire à la pipette dans un ballon de distillation une part aliquote du filtrat qui ne peut contenir plus de 50 mg d'azote ammoniacal. Diluer avec de l'eau jusque environ 200 ml et ajouter 1 g d'oxyde de magnésium (3.7.) et quelques gouttes de produit antimousse (3.11.). La solution doit donner à présent une réaction alcaline (en présence de papier tournesol); si ce n'est pas le cas, ajouter plus d'oxyde de magnésium.

Verbind de kolf onmiddellijk via een spathelm met een koeler, waarvan het uiteinde is gedompeld in 50,0 ml zwavelzuur (3.8.). Destilleer ongeveer 150 ml over en vermijd daarbij oververhitting van de wand. Kook het destillaat gedurende twee minuten, koel af en titreer de overmaat zwavelzuur met natriumhydroxide-oplossing (3.3) in aanwezigheid van een 0,4 ml mengindicatoroplossing (3.10.1.) of 5 druppels methyloodoplossing (3.10.2.)

### 6.3. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling onder dezelfde omstandigheden, waarbij het monster wordt vervangen door water.

## 7. Berekening

### *Methode A*

Bereken het gehalte aan ammoniumstikstof uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N) met de formule:

$$w_N = \frac{(v_1 - v_0) \cdot c \cdot 14 \cdot v_a \cdot D}{m \cdot v_a \cdot 1000} \cdot 100 \%$$

waarin:

- $w_N$  het gehalte aan ammoniumstikstof is, in % (m/m)
- $v_1$  het volume (ml) is van de gestelde zwavelzuuroplossing (3.6), gebruikt voor de bepaling
- $v_0$  het volume (ml) is van de gestelde zwavelzuuroplossing (3.6), gebruikt voor de blancobepaling
- $c$  de concentratie (mol/liter) is van de waterstofionen in de gestelde zwavelzuuroplossing (3.6)
- $v_a$  het volume (ml) is van de extractieoplossing
- $D$  de verdunningsfactor is
- $m$  de massa (g) is van het analysemonster
- $v_a$  het volume (ml) is van het aliquot van het helder filtraat



Relier immédiatement le ballon muni d'une boule à distiller à un réfrigérant dont l'extrémité trempe dans 50 ml d'acide sulfurique (3.8.). Distiller environ 150 ml en évitant de surchauffer la paroi. Faire bouillir le distillat pendant 2 minutes, laisser refroidir et titrer l'excès d'acide sulfurique au moyen d'une solution d'hydroxyde de sodium (3.9.) en présence de 0,4 ml de l'indicateur mixte (3.10.1.) ou 5 gouttes de la solution de rouge de méthyle (3.10.2.).

### 6.3. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, l'échantillon étant remplacé par de l'eau.

## 7. Calcul

### Méthode A

Calculer la teneur en azote ammoniacal exprimée en pourcentage en masse d'azote (% N) selon la formule suivante :

$$w_N = \frac{(v_1 - v_0) \cdot c \cdot 14 \cdot v_a \cdot D}{m \cdot v_a \cdot 1000} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

- $w_N$  est la teneur en % (m/m) en azote ammoniacal
- $v_1$  est le volume (ml) de la solution titrée d'acide sulfurique (3.6.) utilisée pour la détermination
- $v_0$  est le volume (ml) de la solution titrée d'acide sulfurique (3.6.) utilisée pour la détermination à blanc
- $c$  est la concentration (mol/l) des ions hydrogène dans la solution titrée d'acide sulfurique (3.6.)
- $v_a$  est le volume (ml) de la solution destinée à l'extraction
- $D$  est le facteur de dilution
- $m$  est la masse (g) de la prise d'essai
- $v_a$  est le volume (ml) de la part aliquote du filtrat limpide

**Methode B**

Bereken het gehalte aan ammoniumstikstof uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N) met de formule:

$$w_N = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14 \cdot v_a}{m \cdot v_a \cdot 1000} \cdot 100 \%$$

waarin:

- $w_N$  het gehalte aan ammoniumstikstof is, in % (m/m)
- $v_0$  het volume (ml) is van de gestelde natriumhydroxide-oplossing (3.9.), gebruikt voor de blancobepaling
- $v_1$  het volume (ml) is van de gestelde natriumhydroxide-oplossing (3.9.), gebruikt voor de bepaling
- $c$  de concentratie (mol/liter) is van de gestelde natriumhydroxide-oplossing (3.9)
- $v_a$  het volume (ml) is van de extractieoplossing
- $v_a$  het volume (ml) is van het aliquot van het filtraat
- $m$  de massa (g) is van het analysemonster

**8. Controle van de methode**

Voer de analyse uit met een aliquot van een oplossing van ammoniumsulfaat (3.2). De hoeveelheid ammoniumstikstof die hierin aanwezig is, dient min of meer overeen te stemmen met de hoeveelheid ammoniumstikstof aanwezig in de voor de stikstofbepaling gebruikte hoeveelheid (verdund) filtraat van het analysemonster.

---

**Méthode B**

Calculer la teneur en azote ammoniacal exprimée en pourcentage en masse d'azote (% N) selon la formule suivante :

$$w_N = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14 \cdot v_e}{m \cdot v_a \cdot 1000} \cdot 100 \%$$

dans laquelle:

- $w_N$  est la teneur en % (m/m) en azote ammoniacal
- $v_0$  est le volume (ml) de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.9.) utilisée pour la détermination à blanc
- $v_1$  est le volume (ml) de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.9.) utilisée pour la détermination
- $c$  est la concentration (mol/l) de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.9.)
- $v_e$  est le volume (ml) de la solution destinée à l'extraction
- $v_a$  est le volume (ml) de la part aliquote du filtrat
- $m$  est la masse (g) de la prise d'essai

**8. Contrôle de la méthode**

Effectuer l'analyse avec une part aliquote d'une solution de sulfate d'ammonium (3.2.). La quantité d'azote ammoniacal présente doit correspondre plus ou moins à la quantité d'azote ammoniacal présente dans la quantité de filtrat (dilué) de l'échantillon à analyser, utilisée pour la détermination de l'azote.

---

**Methode BNL-N-3 :****Bepaling van nitraatstikstof in aanwezigheid van organische stof****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van nitraatstikstof in alle producten, die organische stof bevatten en die opgenomen zijn in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Xylenol wordt door nitraat genitreerd tot nitroxlyenol. Het nitroxlyenol wordt overgedestilleerd en opgevangen in een oplossing van natriumhydroxide. In het destillaat wordt spectrofotometrisch de intensiteit van de gele kleur gemeten bij een golflengte van 430 nm.

**3. Reagentia en hulpmiddelen****3.1. Xylenolreagens**

Los 0,25 g 1-hydroxy-3,4-dimethylbenzeen (3,4-dimethylphenol) op in 10 ml natriumhydroxide-oplossing (3.3.) (*GIFTIG!*).

Opmerking

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

**3.2. Zwavelzuuroplossing,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 26 \text{ mol/l}$** 

Meng 720 ml zwavelzuur,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$ , voorzichtig met 280 ml water.

**3.3. Natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH})=0,2 \text{ mol/l}$** **3.4. Trichloorazijnzuuroplossing 10 % (m/v),  $c(\text{CCl}_3\text{COOH}) = 0,61 \text{ mol/l}$** 

Los 100 g trichloorazijnzuur (*GIFTIG!*) op in 1 liter water.

**3.5. Natriumnitraat-voorraadoplossing,  $c(\text{NaNO}_3) = 0,10 \text{ mol/l}$** 

Weeg 4,25 g natriumnitraat af in een maatkolf van 500 ml. Los op in water en vul met water aan tot 500 ml en meng.

**Méthode BNL-N-3:****Détermination de la teneur en azote nitrique en présence de matières organiques****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en azote nitrique de tous les produits qui renferment des matières organiques et figurent dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. 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 à la longueur d'onde de 430 nm.

**3. Réactifs et accessoires****3.1. Réactif au xylénol**

Dissoudre 0,25 g de 1-hydroxy-3,4 - diméthylbenzène (3,4 - diméthylphénol) dans 10 ml d'hydroxyde de sodium (3.3.) (TOXIQUE!).

**Observation**

*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.*

**3.2. Solution d'acide sulfurique,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 26 \text{ mol/l}$** 

Mélanger prudemment 720 ml d'acide sulfurique,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$  avec 280 ml d'eau.

**3.3. Solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,2 \text{ mol/l}$** **3.4. Solution d'acide trichloracétique 10 % (m/v),  $c(\text{CCl}_3\text{COOH}) = 0,61 \text{ mol/l}$ .**

Dissoudre 100 g d'acide trichloracétique (TOXIQUE!) dans 1 litre d'eau.

**3.5. Solution mère de nitrate de sodium,  $c(\text{NaNO}_3) = 0,10 \text{ mol/l}$** 

Peser 2,5 g de nitrate de sodium dans un ballon jaugé de 500 ml. Dissoudre dans l'eau, porter à 500 ml avec de l'eau et mélanger.

- 3.6. Natriumnitrat-standaardoplossing,  $c(\text{NaNO}_3) = 0,010 \text{ mol/l}$   
Pipetteer 10 ml natriumnitrat-voorraadoplossing (3.5) in een maatkolf van 100 ml en vul met water aan tot 100 ml en meng.

3.7. Puimsteentjes

4. Apparatuur

- 4.1. Destillatieapparaat, bestaande uit een erlenmeyer van 300 ml, verbonden met een verticaal opgestelde Liebigkoeler (zie bijgaande tekening).
- 4.2. Roteermolen met 35 à 40 omwentelingen per minuut.
- 4.3. Spectrofotometer of filterfotometer voor metingen bij een golflengte van 430 nm.

5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

6. Werkwijze

6.1. Bepaling van de nitraatstikstof

Weeg, op 1 mg nauwkeurig, 5 g analysemonster af in een maatkolf van 500 ml. Voeg 25 ml trichloorazijnzuur 10 % (3.4) toe, zwenk om en wacht tot een eventuele kooldioxyde-ontwikkeling bijna beëindigd is. Voeg daarna 350 ml water toe en roteer (4.2) gedurende een half uur. Vul aan met water tot 500 ml, meng en filtreer. Verdun, indien nodig, met water tot de concentratie aan nitraatstikstof ten hoogste  $35 \mu\text{g/ml}$  bedraagt (hierbij wordt ervan uitgegaan dat de uiteindelijke meting in een 1 cm cuvet wordt verricht). Pipetteer van de aldus verkregen oplossing 10 ml in een erlenmeyer van 300 ml (4.1), voeg 2 ml xylenolreagens (3.1) en 40 ml zwavelzuuroplossing (3.2) 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.

3.6. Solution mère de nitrate de sodium,  $c(\text{NaNO}_3) = 0,010 \text{ mol/l}$

Introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de solution mère de nitrate de sodium (3.5) dans un ballon jaugé de 100 ml, porter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.

3.7. Fragments de pierre ponce

4. **Appareillage**

4.1. Appareil de distillation, constitué d'un erlenmeyer de 300 ml, relié à un réfrigérant Liebig en position verticale (voir figure ci-annexée).

4.2. Agitateur rotatif réglable à 35 à 40 tours par minute.

4.3. Spectrophotomètre ou photomètre avec filtre fonctionnant à une longueur d'onde de 430 nm.

5. **Préparation de l'échantillon à analyser**

Voir Chapitre I.

6. **Mode opératoire**

6.1. Détermination de l'azote nitrique

Peser, à 1 mg près, 5 g d'échantillon à analyser dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter 25 ml d'acide trichloracétique à 10 % (3.4), agiter et attendre jusqu'à ce que le dégagement éventuel de dioxyde de carbone soit presque terminé. Ajouter 350 ml d'eau et remuer à l'aide d'un agitateur rotatif pendant une demi-heure. Porter à 500 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer. Diluer, si nécessaire, à une concentration en azote nitrique de maximum  $35 \mu\text{g}$  (dans l'hypothèse où la coloration est mesurée dans une cuvette de 1 cm d'épaisseur). Introduire à la pipette 10 ml de la solution ainsi obtenue dans un erlenmeyer de 300 ml (4.1), ajouter 2 ml de réactif au xylénol (3.1) et 40 ml de solution d'acide sulfurique (3.2).

Voeg 100 ml water en enkele stukjes puimsteen (3.7) toe en destilleer (4.1) het ontstane nitroxylenol over, waarbij het destillaat opgevangen wordt in een maatkolf van 100 ml, waarin 10 ml natriumhydroxide-oplossing (3.3) aanwezig is. Beëindig de destillatie, wanneer circa 50 ml vloeistof overgedestilleerd is. Spoel de Liebigkoeler na met 15 ml natriumhydroxide-oplossing (3.3) en daarna met wat water. Vang alles op in de maatkolf. Vul tenslotte met water aan tot een volume van 100 ml en meng. 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 de oplossing die bij de blancobepaling is verkregen.

#### 6.2. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling op dezelfde wijze als beschreven onder punt 6 met alle gebruikte reagentia, echter met 10 ml gedestilleerd water in plaats van de oplossing van het analysemonster. Meet de extinctie ten opzichte van water.

#### 6.3. Calibratiecurve

Pipetteer in maatkolven van 100 ml respectievelijk 5, 10, 15, 20 en 25 ml natriumnitrat-standaardoplossing (3.6). Vul met water aan tot 100 ml en meng. Pipetteer 10 ml in een erlenmeyer van 300 ml (4.1), voeg 2 ml xylenolreagens (3.1) toe en 40 ml zwavelzuuroplossing (3.2). Handel verder als beschreven onder 6.1. vanaf "Sluit de kolf af met een geschikte goed passende stop enz."

### 7. Berekening

Bereken het gehalte aan nitraatstikstof uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N) met de formule:



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 et quelques fragments de pierre ponce et distiller (voir appareillage) le nitroxylénol formé en recueillant le distillat dans un ballon jaugé de 100 ml, contenant 10 ml de solution d'hydroxyde de sodium (3.3).

Arrêter la distillation après avoir recueilli environ 50 ml de distillat. Rincer le tube du réfrigérant Liebig avec 15 ml de solution d'hydroxyde de sodium (3.3) et ensuite avec un peu d'eau. Recueillir le tout dans le ballon jaugé. Porter au volume de 100 ml avec de l'eau, 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.

#### 6.2. Essai à blanc

Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions que celles décrites au point 6 avec tous les réactifs, mais en prélevant 10 ml d'eau distillée au lieu de la solution de l'échantillon à analyser. Mesurer l'extinction par rapport à l'eau.

#### 6.3. Courbe de calibration

Introduire à la pipette dans des ballons jaugés de 100 ml, respectivement 5, 10, 15, 20 et 25 ml de solution standard de nitrate de sodium (3.6). Porter à 100 ml avec de l'eau et mélanger. Introduire à la pipette 10 ml dans un erlenmeyer de 300 ml (4.1), ajouter 2 ml de réactif au xylénol (3.1) et 40 ml de solution d'acide sulfurique (3.2). Poursuivre le même mode opératoire que décrit sous 6.1. à partir de « Boucher le vase au moyen d'un bouchon bien ajusté etc »

### 7. Calcul

Calculer la teneur en azote nitrique exprimée en pour cent de masse d'azote (% N) suivant la formule:

$$w_N = \frac{c \cdot v_{\text{meet}} \cdot D \cdot v_e}{m \cdot v_e \cdot 1000000} \cdot 100 \%$$

waarin :

- $w_N$  het gehalte aan nitraatstikstof is, in % (m/m)  
 c de concentratie aan nitraatstikstof in de meetoplossing is, in  $\mu\text{g/ml}$   
 $v_{\text{meet}}$  het volume is van de maatkolf waarin het destillaat wordt opgevangen, in ml  
 D de verdunningsfactor is  
 $v_e$  het volume van de extractie-oplossing is, in ml  
 $v_e$  het volume van de in de erlenmeyer van 300 ml gepipetteerde hoeveelheid (eventueel verdund) filtraat is, in ml  
 m de massa van de in bewerking genomen hoeveelheid analysemonster is, in g

## 8. Opmerkingen

- 8.1. Indien in het aliquot, dat in de erlenmeyer gepipetteerd wordt, meer dan 2 mg chloor (Cl) aanwezig is, pipetteer dan 5 ml in plaats van 10 ml. Voeg hieraan 5 ml verzadigde zilveracetaatoplossing in water toe, zwenk om en handel daarna verder als in de werkwijze beschreven is, te beginnen met de toevoeging van 2 ml xylenolreagens.
- 8.2. In uitzonderlijke gevallen kan het analysemateriaal nitriet bevatten. Voeg in zo'n geval aan het aliquot, dat in de erlenmeyer gepipetteerd wordt, per mg nitriet 1 ml van een 1 % vers bereide ammoniumsulfamaatoplossing toe (enkele minuten vóór het toevoegen van het zwavelzuur). Het totaal volume van het gepipetteerde aliquot en de toegevoegde sulfamaatoplossing, inclusief eventueel toe te voegen water en zilveracetaatoplossing, dient steeds 10 ml te bedragen.

$$w_N = \frac{c \cdot v_{\text{mees}} \cdot D \cdot v_e}{m \cdot v_a \cdot 1000000} \cdot 100 \%$$

où :

$w_N$  = la teneur en azote nitrique, en % (m/m)

$c$  = la concentration en azote nitrique de la solution mesurée en  $\mu\text{g/ml}$

$v_{\text{mees}}$  = le volume du ballon jaugé où est recueilli le distillat, en ml

$D$  = le facteur de dilution

$v_e$  = le volume de la solution d'extraction, en ml

$v_a$  = le volume de filtrat (éventuellement dilué) introduit à la pipette dans l'erenmeyer de 300 ml, en ml

$m$  = la masse de la quantité d'échantillon à analyser traitée, en g

## 8. Observations

8.1. Lorsque la partie aliquote à introduire dans l'erenmeyer à l'aide d'une pipette 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 saturé dans l'eau, agiter et poursuivre comme décrit au mode opératoire à partir de l'addition de 2 ml de réactif au xylénol.

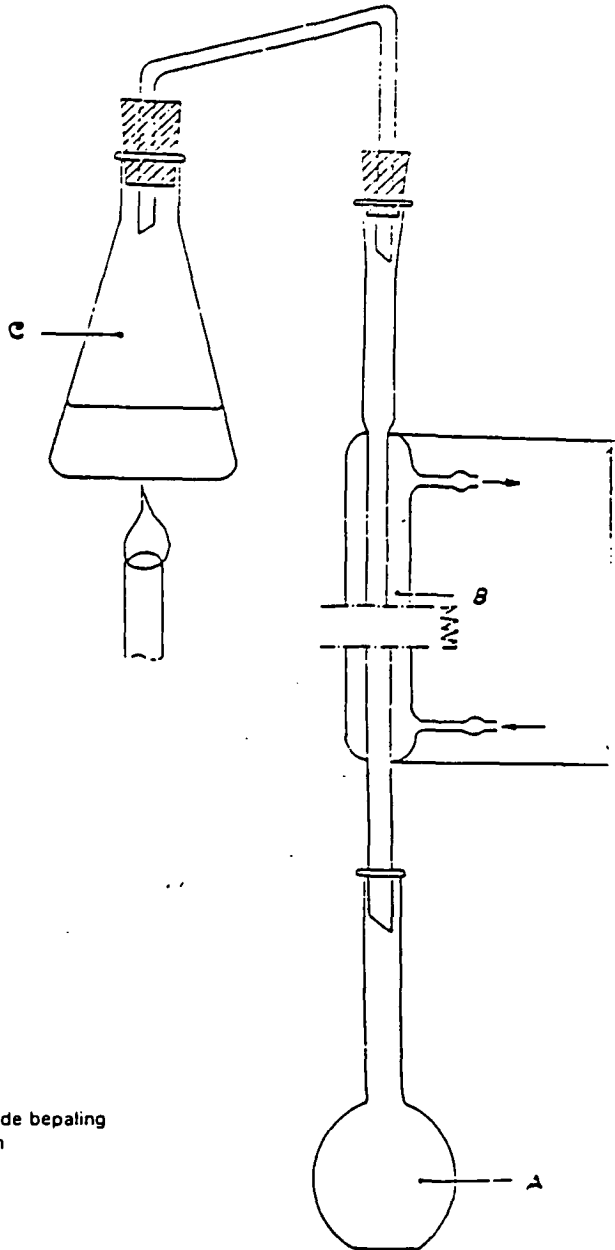
8.2. Dans des cas exceptionnels, la matière destinée à l'analyse peut renfermer des nitrites. Dans de pareils cas, ajouter par mg de nitrite, 1 ml de solution fraîchement préparée de sulfamate d'ammonium à 1 % (quelques minutes avant l'addition d'acide sulfurique). Le volume total de la partie aliquote prélevée à l'aide d'une pipette additionnée de la solution de sulfamate et comportant éventuellement l'eau et l'acétate d'argent ajoutés, doit toutefois toujours atteindre 10 ml.

8.3. Reagens (3.1) 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 de uitvoering te worden aangebracht :

- a) neem in plaats van 2 ml reagens (3.1) 1 ml reagens (3.1) en 1 ml water ;
  - b) vang het destillaat op in 20 ml natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/liter}$  in plaats van 10 ml natriumhydroxide-oplossing (3.3) ;
  - c) het destillaat dient vrij nauwkeurig 50 ml te bedragen. Vang het destillaat daartoe op in een maatcilinder.
-

- 8.3. Le réactif (3.1.) 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 au mode opératoire:
- a) prélever 1 ml de réactif (3.1.) et 1 ml d'eau au lieu de 2 ml de réactif (3.1.);
  - b) recueillir le distillat dans 20 ml de solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$  au lieu de 10 ml de solution d'hydroxyde de sodium (3.3.);
  - c) le volume du distillat doit atteindre assez exactement 50 ml. A cette fin recueillir de préférence le distillat dans un vase cylindrique gradué.
-

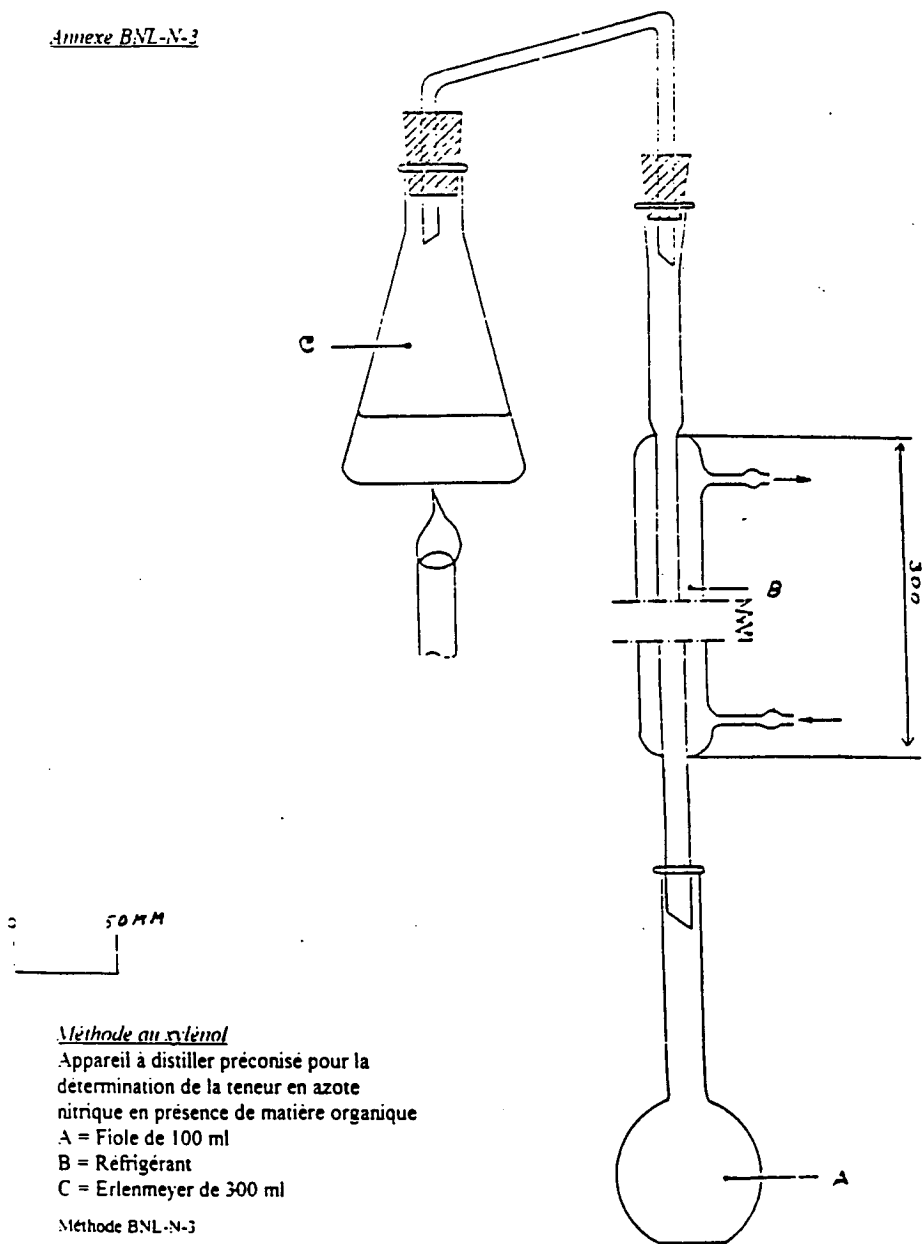
*bijlage BNL-N-3*



***Ylenolmethode***

destillatieapparaat aanbevolen voor de bepaling  
an het gehalte aan nitraatstikstof in  
anwezigheid van organische stof

- = Kolf van 100 ml
- = Koeler
- = Erlenmeyer van 300 ml

Annexe BNL-N-3Méthode au xylénol

Appareil à distiller préconisé pour la  
détermination de la teneur en azote  
nitrique en présence de matière organique

A = Fiole de 100 ml

B = Réfrigérant

C = Erlenmeyer de 300 ml

Méthode BNL-N-3

**Methode BNL-N-4 :****Bepaling van stikstof totaal bij aanwezigheid van nitraten en organische stof****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan stikstof totaal bij aanwezigheid van nitraten en organische stof in alle producten die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

De nitraatstikstof wordt tot ammoniumstikstof gereduceerd door ijzerpoeder en verdund zwavelzuur. De organisch gebonden stikstof wordt eveneens in ammoniumstikstof omgezet door destructie met geconcentreerd zwavelzuur in aanwezigheid van een katalysator. Alle stikstof, thans aanwezig als ammoniumstikstof, wordt na toevoeging van een overmaat natriumhydroxide-oplossing door destillatie uitgedreven en opgevangen in een bekende en meer dan voldoende hoeveelheid gesteld zwavelzuur. De overmaat zuur wordt teruggetitreerd met natriumhydroxide-oplossing van bepaalde molariteit.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

3.1. Zwavelzuur,  $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 36 \text{ mol/l}$  ;  $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$

3.2. Zwavelzuuroplossing,  $c(\frac{1}{2} H_2SO_4) = 18 \text{ mol/l}$

Voeg aan 500 ml water 500 ml zwavelzuur (3.1) toe, meng en koel af

3.3. Kaliumsulfaat ( $K_2SO_4$ ) of watervrij natriumsulfaat ( $Na_2SO_4$ )

3.4. Met waterstof gereduceerd ijzer (Fe), in poedervorm

3.5. Glasparels

3.6. Puimsteen, met zoutzuur gewassen en daarna gegloeid

3.7. Koperoxide ( $CuO$ ) of kopersulfaat ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )

3.8. Anti-schuimmiddel



**Méthode BNL-N-4:****Détermination de la teneur en azote total en présence de nitrates et de matières organiques****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en azote total en présence de nitrates et de matières organiques dans tous les produits mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

L'azote nitrique est réduit à l'état d'azote ammoniacal par le fer en poudre et l'acide sulfurique dilué. L'azote organique est également transformé en azote ammoniacal par minéralisation avec l'acide sulfurique concentré en présence d'un catalyseur. La totalité de l'azote présent sous forme d'azote ammoniacal est entraînée par distillation après addition d'un excès de solution d'hydroxyde de sodium et recueillie dans une quantité connue d'acide sulfurique titré en excès. L'excès d'acide est titré en retour avec une solution d'hydroxyde de sodium de molarité déterminée.

**3. Réactifs et accessoires**

- 3.1. Acide sulfurique,  $c(1/2H_2SO_4) = 36 \text{ mol/l}$ ;  $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$
- 3.2. Solution d'acide sulfurique,  $c(1/2H_2SO_4) = 18 \text{ mol/l}$   
Ajouter à 500 ml d'eau 500 ml d'acide sulfurique (3.1.), mélanger et laisser refroidir
- 3.3. Sulfate de potassium ( $K_2SO_4$ ) ou sulfate de sodium anhydre ( $Na_2SO_4$ )
- 3.4. Fer (Fe) en poudre, réduit à l'hydrogène
- 3.5. Billes de verre
- 3.6. Pierre ponce lavée à l'acide chlorhydrique et calcinée ensuite
- 3.7. Oxyde de cuivre ( $CuO$ ) ou sulfate de cuivre ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )
- 3.8. Anti-mousse

- 3.9. Zink (Zn), gegranuleerd
- 3.10. Natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$   
Los 400 g natriumhydroxide op in ca. 800 ml water, koel af en vul met water aan tot 1 liter en meng
- 3.11. Zwavelzuur, gestelde oplossing,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.12. Zwavelzuur, gestelde oplossing,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$
- 3.13. Natriumhydroxide-oplossing (vrij van carbonaten), gestelde oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.14. Natriumhydroxide-oplossing (vrij van carbonaten), gestelde oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$
- 3.15. Indicatoroplossing
- 3.15.1. Mengindicatoroplossing  
Los 1 g methylrood op in 37 ml natriumhydroxide-oplossing (3.13), vul met water aan tot 1 liter en meng. Los 1 g methyleenblauw op in 1 liter water. Meng één volumedeel methylroodoplossing met twee volumedelen methyleenblauw-oplossing. Deze indicator is violet in zuur milieu, grijs bij pH 5,4 en groen in alkalisch milieu.
- 3.15.2. Methylroodoplossing  
Los 0,1 g methylrood op in 50 ml ethanol van 96 % (v/v), vul aan met water tot 100 ml, meng en filtreer.
- 3.16. Rood lakmoespapier
- 3.17. Sacharose ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ )
- 3.18. Natriumnitrat ( $\text{NaNO}_3$ )
- 3.19. Acetanilide ( $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}$ )

- 3.9. Zinc (Zn) en granulés
- 3.10. Solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 10 \text{ mol/l}$   
Dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir, porter à 1 litre avec de l'eau et mélanger.
- 3.11. Acide sulfurique, solution titrée,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.12. Acide sulfurique, solution titrée,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$
- 3.13. Solution d'hydroxyde de sodium (exempte de carbonates), solution titrée,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$
- 3.14. Solution d'hydroxyde de sodium (exempte de carbonates), solution titrée,  $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$
- 3.15. Indicateur, solution
- 3.15.1. Indicateur mixte  
Dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 37 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium (3.13.), porter à 1 litre avec de l'eau et mélanger. Dissoudre 1 g de bleu de méthylène dans 1 litre d'eau. Mélanger un volume de la solution de rouge de méthyle avec deux volumes de la solution de bleu de méthylène. Cet indicateur est violet en milieu acide, gris pour un pH 5,4 et vert en milieu alcalin.
- 3.15.2. Solution de rouge de méthyle  
Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol à 96 % (v/v), porter à 100 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer.
- 3.16. Papier toumesol rouge
- 3.17. Saccharose ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ )
- 3.18. Nitrate de sodium ( $\text{NaNO}_3$ )
- 3.19. Acétanilide ( $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}$ )

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Apparaten waarmee handelingen in verband met destructie, destillatie en titratie volgens Kjeldahl kunnen worden verricht (bijv. apparatuur, als beschreven bij methode 2.1. van richtlijn 77/535/EEG, P.B. Nr. L 213 van 22.8.77)
- 4.2. Kjeldahlkolven van circa 700 ml
- 4.3. Kokend waterbad

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

#### 6. Werkwijze

##### 6.1. Destructie

Weeg, op 1 mg nauwkeurig, een hoeveelheid analysemonster af die ten hoogste 1 g organische stof en ten hoogste 200 mg stikstof bevat. Breng de afgewogen hoeveelheid in een Kjeldahlkolf (4.2). Voeg 10 g ijzerpoeder (3.4) en 25 ml water toe en laat onder af en toe omzwenken een half uur staan. Voeg vervolgens 90 ml zwavelzuur (3.2) toe en laat onder af en toe omzwenken weer ten minste een half uur staan totdat er geen zichtbare waterstofontwikkeling meer plaatsheeft. Plaats de kolf nu op een kokend waterbad (4.3) tot de waterstofontwikkeling is beëindigd; schud intussen geregeld om. Voeg enkele glaspereels (3.5) toe en verdamp het grootste gedeelte van het water op een volle vlam. Voeg vervolgens 10 à 15 g kaliumsulfaat of watervrij natriumsulfaat (3.3) toe, 0,3 tot 0,4 g koperoxyde of 0,95 tot 1,25 g kopersulfaat (3.7) en 20 ml zwavelzuur (3.1) en meng. Verhit 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 tenminste een half uur. Koel af en voeg 300 ml water toe, enkele stukjes puimsteen (3.6), een weinig antischuim (3.8) en enige stukjes zink (3.9).

##### Opmerking

*De destructie verloopt correct als de zwavelzuurdampen tegen de kolfwand condenseren. Let erop dat de wand niet oververhit raakt en dat er geen organische stof aan de wand gaat vastzitten.*

#### 4. Appareillage

- 4.1. Appareils permettant de réaliser les opérations de minéralisation, de distillation et de titrage selon Kjeldahl (p.ex. appareils tels que décrits pour la méthode 2.1. de la directive 77/535/CEE, J.O. No L 213 du 22.8.77)
- 4.2. Ballons Kjeldahl d'environ 700 ml
- 4.3. Bain-marie bouillant

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir Chapitre I.

#### 6. Mode opératoire

##### 6.1. Minéralisation

Peser à 1 mg près une quantité de l'échantillon à analyser contenant au maximum 1g de matières organiques et au maximum 200 mg d'azote. Introduire la prise d'essai dans un ballon Kjeldahl (4.2.). Ajouter 10 g de fer en poudre (3.4.) et 25 ml d'eau et laisser reposer pendant une demi-heure en agitant de temps en temps à la main. Ajouter ensuite 90 ml d'acide sulfurique (3.2.) et laisser reposer au moins une demi-heure en agitant de temps en temps à la main jusqu'au moment où un dégagement visible d'hydrogène ne se produit plus. Placer le ballon dans un bain-marie bouillant (4.3.) jusqu'à la cessation du dégagement d'hydrogène; agiter entre-temps régulièrement. Ajouter quelques billes de verre (3.5.) et laisser évaporer la majeure partie de l'eau sur flamme vive. Ajouter ensuite 10 à 15 g de sulfate de potassium ou de sulfate de sodium anhydre (3.3.), 0,3 à 0,4 g d'oxyde de cuivre ou 0,95 à 1,25 g de sulfate de cuivre (3.7.) et 20 ml d'acide sulfurique (3.1.) et mélanger. Chauffer, en agitant régulièrement, directement sur flamme vive jusqu'à ce que la solution soit devenue jaune et que la matière organique soit totalement minéralisée. Poursuivre l'ébullition pendant au moins une demi-heure. Laisser refroidir et ajouter 300 ml d'eau, quelques fragments de pierre ponce (3.6.), un peu d'anti-mousse (3.8.) et quelques granules de zinc (3.9.).

##### Observation

*La minéralisation se déroule correctement si les vapeurs d'acide sulfurique se condensent sur la paroi du ballon. Eviter la surchauffe de la paroi et l'adhésion de matières organiques à la paroi.*

## 6.2. Destillatie

Zorg dat alle zouten nagenoeg zijn opgelost, eventueel door verwarming op het kokend waterbad (4.3). Koel af. Pipetteer afhankelijk van het te verwachten gehalte aan stikstof 25 ml zwavelzuur (3.11) (bij stikstofarme producten) of 35 ml zwavelzuur (3.12) (bij stikstofrijke producten) in de opvangfles van het destillatieapparaat. Voeg 0,4 ml mengindicatoroplossing of 5 druppels methyloodoxoplossing (3.15) toe. Sluit de fles aan op de koeler van het destillatie-apparaat en dompel het uiteinde van de koeler ten minste 1 cm onder het oppervlak van de vloeistof. Giet voorzichtig 225 ml natriumhydroxide-oplossing (3.10) in de Kjeldahlkolf en verbind de kolf onmiddellijk via een spathelm met de koeler (zie opmerking 9.1). Breng de inhoud van de kolf op volle vlam aan de kook op een van tevoren verhit gaasje en destilleer daarna op nagenoeg volle vlam. Na ongeveer een kwartier is de grootste hoeveelheid ammoniak overgedestilleerd. Laat de opvangfles nu zover zakken dat het uiteinde van de afvoerbuis niet meer in de vloeistof is gedompeld en destilleer verder totdat het destillaat neutraal reageert ten opzichte van rood lakmoespapier (3.16). In het algemeen zal dan ongeveer 4/5 van de kolfinhoud overgedestilleerd zijn. In geval van hevige stoten voor de destillatie beëindigd is, handel dan volgens opmerking 9.2.

## 6.3. Titratie

Titreer de overmaat zwavelzuur met behulp van natriumhydroxide-oplossing (3.13 of 3.14) al naar gelang de molariteit van het gebruikte zwavelzuur.

## 6.4. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling (destructie, destillatie en titratie) met 1 g sacharose (3.17) in plaats van het analysemonster.

## 6.2. Distillation

S'assurer de la dissolution presque complète de tous les sels en chauffant éventuellement au bain-marie bouillant (4.3.). Laisser refroidir. Introduire à la pipette dans le vase dans lequel on recueille le distillat 25 ml d'acide sulfurique (3.11.) (pour les produits pauvres en azote) ou 35 ml d'acide sulfurique (3.12.) (pour les produits riches en azote) en fonction de la teneur prévisible en azote. Ajouter 0,4 ml de l'indicateur mixte ou 5 gouttes de la solution de rouge de méthyle (3.15.). Connecter le vase au réfrigérant de l'appareil à distiller et immerger l'extrémité du réfrigérant au moins 1 cm en-dessous de la surface du liquide. Verser prudemment dans le ballon Kjeldahl 225 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.10.) et raccorder immédiatement le ballon au réfrigérant muni d'une boule à distiller (voir observation 9.1.). Porter le contenu du ballon à ébullition sur flamme vive sur une toile préalablement chauffée au rouge et distiller sur flamme presque 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 le tuyau d'écoulement ne plonge plus dans le liquide et poursuivre la distillation jusqu'à ce que le liquide qui passe donne une réaction neutre au papier tournesol rouge (3.16.). 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 l'observation 9.2.

## 6.3. Titrage

Titre l'excès d'acide sulfurique à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (3.13. ou 3.14.) d'après la molarité de l'acide sulfurique utilisé.

## 6.4. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc (minéralisation, distillation et titrage) avec 1 g de saccharose (3.17.) au lieu de l'échantillon à analyser.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan stikstof totaal uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N) met de volgende formule:

$$w_N = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14}{1000 \cdot m} \cdot 100 \%$$

waarin

- $w_N$  het gehalte aan stikstof totaal is, in % (m/m)
- $v_0$  het volume van de natriumhydroxide-oplossing (3.13 of 3.14) is, gebruikt voor de blancobepaling, in ml
- $v_1$  het volume van de natriumhydroxide-oplossing (3.13 of 3.14) is, gebruikt voor de bepaling, in ml
- $c$  de molariteit van de natriumhydroxide-oplossing (3.13 of 3.14) is, in mol/l
- $m$  de massa van het analysemonstermonster is, in g

## 8. Controle van de methode

Voer de analyse (destructie, destillatie en titratie) uit met 1 g acetanilide (3.19) waaraan een aliquot van een vers bereide oplossing van natriumnitrat (3.18) is toegevoegd. Dit aliquot dient 0,045 à 0,050 g stikstof te bevatten.

## 9. Opmerkingen

- 9.1 Ter vermijding van overmatig stoten, verdient het aanbeveling na het toevoegen van de natriumhydroxide-oplossing (3.10) en nadat de kolf op de vlam is geplaatst, om te zwenken zodat de neergeslagen ijzerverbindingen over de hele vloeistof verdeeld worden. Dit omzwenken dient herhaald te worden, als de ijzerverbindingen weer enigszins zijn bezonken.



## 7. Calcul

Calculer la teneur en azote total exprimée en pourcentage en masse d'azote (% N) selon la formule suivante :

$$w_N = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14}{1000 \cdot m} \cdot 100 \%$$

dans laquelle

- $w_N$  est la teneur en % (m/m) en azote total
- $v_0$  est le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.13. ou 3.14.) utilisée pour la détermination à blanc
- $v_1$  est le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.13. ou 3.14.) utilisée pour la détermination
- $c$  est la molarité en mol/l de la solution d'hydroxyde de sodium (3.13. ou 3.14.)
- $m$  est la masse en g de l'échantillon à analyser

## 8. Contrôle de la méthode

Effectuer l'analyse (minéralisation, distillation et titrage) avec 1 g d'acétanilide (3.19.) additionné d'une part aliquote d'une solution fraîchement préparée de nitrate de sodium (3.18.). Cette part aliquote doit contenir 0,045 à 0,050 g d'azote.

## 9. Observations

- 9.1. Il est conseillé, afin d'éviter des soubresauts excessifs, d'agiter le ballon à la main après y avoir ajouté la solution d'hydroxyde de sodium (3.10.) et l'avoir placé sur la flamme afin de répartir dans tout le liquide les composés de fer précipités. Agiter à nouveau à la main lorsque les composés de fer se sont quelque peu déposés.

- 9.2 Teneinde overmatig stoten te vermijden kan ook als volgt gewerkt worden. Koel na het beëindigen van de destructie af en voeg 300 ml water toe. Verwarm zo nodig tot alle ammoniumzouten zijn opgelost. Breng vervolgens kwantitatief over in een maatkolf van 500 ml, koel af, vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer indien nodig. Pipeteer 250 ml in een destillatiekolf. Voeg achtereenvolgens 50 ml water, enkele stukjes puimsteen (3.6), een weinig antischuim (3.8) en enkele stukjes zink (3.9) toe. Voeg voorzichtig 115 ml natriumhydroxide-oplossing (3.10) toe en verbind de kolf onmiddellijk met het destillatie-apparaat en handel verder als beschreven onder 6.2 vanaf "Breng de inhoud van de kolf op volle vlam aan de kook enz.).
-

- 9.2. Pour éviter des soubresauts excessifs, on peut également procéder comme suit. Après la fin de la minéralisation, laisser refroidir le ballon et y ajouter 300 ml d'eau. Chauffer, si nécessaire, jusqu'à dissolution de tous les sels d'ammonium. Transvaser ensuite quantitativement dans un ballon jaugé de 500 ml, laisser refroidir, porter au volume de 500 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer si nécessaire. Introduire à la pipette 250 ml dans un ballon de distillation.

Ajouter successivement 50 ml d'eau, quelques fragments de pierre ponce (3.6.), un peu d'anti-mousse (3.8.) et quelques granulés de zinc (3.9.).

Ajouter avec précaution 115 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.10.) et raccorder immédiatement le ballon à l'appareil de distillation. Poursuivre comme décrit au point 6.2. à partir de "Porter le contenu du ballon à ébullition sur flamme vive etc.".

---

**Methode BNL-N-5 :****Bepaling van ureumstikstof (meer dan 3 %) bij aanwezigheid van organische stof****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan ureumstikstof in alle producten, die meer dan 3 % ureumstikstof en geen ureumverbindingen bevatten en die opgenomen zijn in Bijlage I van de Reglementering. Voor de meststof ureum wordt verwezen naar methode 2.3.3. van richtlijn 77/535/EEG, P.B. Nr. L 213 van 22.8.77.

**2. Principe**

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

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

3.1. Azijnzuur ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) 100 %,  $p_{20} = 1,05$  g/ml

3.2. Xanthydrolopplossing 5 % (m/v),  $c(\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}_2) \approx 0,25$  mol/liter

Los 5 g xanthydrool op in 100 ml 96 % ethanol (v/v) of in 100 ml methanol (3.3). Indien bewaard bij lage temperatuur, afgesloten van licht en lucht is de oplossing drie maanden houdbaar.

3.3. Ethanol 96 % (v/v) of methanol

3.4. Carrez I-oplossing

Los 21,9 g zinkacetaat ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) en 3 g azijnzuur (3.1.) op in water en vul met water aan tot 100 ml en meng.

3.5. Carrez II-oplossing

Los 10,6 g kaliumhexacyanoferraat ( $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) op in water en vul met water aan tot 100 ml en meng.

3.6. Actieve koolpoeder

3.7. Ureum ( $\text{NH}_2\text{CONH}_2$ )

**Méthode BNL-N-5 :**  
**Détermination de la teneur en azote uréique (plus de 3 %) en présence de matières organiques**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en azote uréique dans tous les produits contenant plus de 3 % d'azote uréique et ne contenant pas de composés de l'urée et mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation. Pour l'engrais urée, on peut se référer à la méthode 2.3.3. de la directive 77/535/CEE, J.O. No L 213 du 22.8.77.

**2. Principe**

L'urée forme avec le xanthydroxol un composé insoluble. Celui-ci est recueilli sur un filtre, séché et pesé. Le biuret est précipité et déterminé simultanément.

**3. Réactifs et accessoires**

- 3.1. Acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) à 100 %,  $\rho_{20} = 1.05 \text{ g/ml}$
- 3.2. Solution de xanthydroxol à 5 % (m/v),  $c(\text{C}_{13}\text{H}_{10}\text{O}_2) \approx 0,25 \text{ mol/l}$   
Dissoudre 5 g de xanthydroxol dans 100 ml d'éthanol à 96 % (v/v) ou dans 100 ml de méthanol (3.3.). Si la solution est conservée à basse température et à l'abri de la lumière et de l'air, elle a une stabilité de trois mois.
- 3.3. Ethanol à 96 % (v/v) ou méthanol
- 3.4. Solution Carrez I  
Dissoudre dans l'eau 21,9 g d'acétate de zinc ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) et 3 g d'acide acétique (3.1.), porter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.
- 3.5. Solution Carrez II  
Dissoudre dans l'eau 10,6 g de ferrocyanure de potassium ( $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), porter à 100 ml avec de l'eau et mélanger.
- 3.6. Poudre de charbon actif
- 3.7. Urée ( $\text{NH}_2\text{CONH}_2$ )

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Filtreerkroezen met poriëndiameter 10-16  $\mu\text{m}$  (ISO P 16)
- 4.2. Electriche droogstoof, ingesteld op 130° C
- 4.3. Roteertoestel met 35 à 40 omwentelingen per minuut
- 4.4. Waterstraalluchtpomp

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

#### 6. Werkwijze

##### 6.1. Bepaling van de stikstof

Weeg, op 1 mg nauwkeurig, een hoeveelheid analysemonster af die ten hoogste 450 mg ureumstikstof bevat (zie ook opmerking 9.5). Breng de afgewogen hoeveelheid in een maatkolf van 500 ml. Voeg 1 g actieve kool (3.6.) en 400 ml water toe en meng. Voeg 5 ml Carrez I-oplossing (3.4) toe en zwenk om. Voeg vervolgens 5 ml Carrez II-oplossing (3.5) toe, zwenk nogmaals om en roteer (4.3) gedurende een half uur. Vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer. Pipetteer een hoeveelheid van het heldere filtraat, waarin ten hoogste 9 mg ureumstikstof aanwezig is, in een bekersglas van 100 ml.

##### Opmerking

*Deze hoeveelheid mag ten hoogste 20 ml bedragen.*

Voeg zo nodig water toe tot een volume van 20 ml verkregen is. Voeg 40 ml azijnzuur (3.1) toe en druppelsgewijs en al roerend 10 ml xanthydrolooplossing (3.2). Roer daarna nog 1 à 2 minuten tot zich een neerslag gevormd heeft. Laat het bekersglas één nacht staan. Breng het neerslag met behulp van een waterstraalluchtpomp (4.4) met zo weinig mogelijk ethanol (3.3.) over in een tevoren bij 130° C gedroogd en na afkoeling gewogen filtreerkroesje (4.1.) en was driemaal met 5 ml ethanol (3.3.).

**4. Appareillage**

- 4.1. Creusets filtrants, diamètre des pores 10-16  $\mu\text{m}$  (ISO P 16)
- 4.2. Etuve électrique réglée à 130° C
- 4.3. Agitateur rotatif (culbuteur) réglable à 35 à 40 tours par minute
- 4.4. Trompe à eau

**5. Préparation de l'échantillon à analyser**

Voir Chapitre I.

**6. Mode opératoire****6.1. Dosage de l'azote**

Peser à 1 mg près une quantité de l'échantillon à analyser contenant au maximum 450 mg d'azote uréique (voir aussi l'observation 9.5). Introduire la prise d'essai dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter 1 g de charbon actif (3.6.) et 400 ml d'eau et mélanger. Ajouter 5 ml de la solution Carrez I (3.4.) et agiter à la main. Ajouter ensuite 5 ml de la solution Carrez II (3.5.), agiter encore à la main, puis agiter au culbuteur (4.3.) pendant une demi-heure. Porter à 500 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer. Introduire à la pipette dans un bécher de 100 ml une quantité de filtrat limpide ne contenant pas plus de 9 mg d'azote uréique.

**Observation**

*Cette quantité ne peut pas dépasser 20 ml.*

Ajouter au besoin de l'eau jusqu'à obtention d'un volume de 20 ml. Ajouter 40 ml d'acide acétique (3.1.) et, en agitant à la baguette, goutte à goutte, 10 ml de la solution de xanthyrol (3.2.). Agiter encore 1 à 2 minutes à la baguette jusqu'à la formation d'un précipité. Laisser le bécher reposer une nuit. En aidant la filtration avec la trompe à eau (4.4.), transférer le précipité avec une quantité aussi faible que possible d'éthanol (3.3) dans un creuset filtrant (4.1.) préalablement séché à 130° C et taré après refroidissement et laver trois fois avec 5 ml d'éthanol (3.3.).

Opmerking

Tijdens de filtratie dient slechts een lichte drukvermindering te worden toegepast. Het is niet nodig het azijnzuur kwantitatief te verwijderen.

Droog het neerslag gedurende één uur bij 130° C. Koel af in een exsiccator en weeg vervolgens snel.

6.2. **Blancobepaling**

Verricht een blancobepaling onder dezelfde omstandigheden, waarbij het analysemonster is vervangen door water.

7. **Berekening**

Bereken het gehalte aan ureumstikstof uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N) met de formule:

$$w_N = \frac{(w_1 - w_0) \cdot 28 \cdot v_a}{420,4 \cdot v_a \cdot m} \cdot 100 \%$$

waarin :

$w_N$  het gehalte aan ureumstikstof is, in % (m/m)

$w_1$  de massa van het neerslag van de bepaling is, in g

$w_0$  de massa van het neerslag van de blancobepaling is, in g

$v_a$  het volume van de extractieoplossing is, in ml

$v_b$  het volume van de hoeveelheid in bewerking genomen filtraat is, in ml

$m$  de massa van het analysemonster is, in g

8. **Controle van de methode**

Voer de analyse uit met een aliquot van een vers bereide oplossing ureum (3.7), die ten hoogste 9 mg ureumstikstof bevat.



Observation

*N'établir qu'un vide peu poussé pendant la filtration. Il n'est pas nécessaire d'éliminer quantitativement l'acide acétique.*

Sécher le précipité pendant une heure à 130° C Laisser refroidir dans un exsiccateur et peser ensuite rapidement.

## 6.2. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, l'échantillon à analyser étant remplacé par de l'eau.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en azote uréique exprimée en pourcentage en masse d'azote (% N) selon la formule suivante :

$$w_N = \frac{(w_1 - w_0) \cdot 28 \cdot v_e}{420,4 \cdot v_e \cdot m} \cdot 100 \%$$

dans laquelle

- $w_N$  est la teneur en % (m/m) en azote uréique
- $w_1$  est la masse en g du précipité de la détermination
- $w_0$  est la masse en g du précipité de la détermination à blanc
- $v_e$  est le volume en ml de la solution destinée à l'extraction
- $v_e$  est le volume en ml de la quantité de filtrat traité
- $m$  est la masse en g de l'échantillon à analyser

## 8. Contrôle de la méthode

Effectuer l'analyse avec une part aliquote d'une solution d'urée fraîchement préparée (3.7.) contenant au maximum 9 mg d'azote uréique.

## 9. Opmerkingen

- 9.1. Het kan soms nodig zijn de hoeveelheden Carrez I- en Carrez II-oplossing 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. bloedmeel) is de hoeveelheid van 1 g actieve kool ontoereikend en dient 1,5 g actieve kool te worden toegevoegd.
  - 9.2. Cyaanamidestikstof stoort op zich zelf de bepaling niet. Echter dient vermeden te worden dat de bereiding van de oplossing te lange tijd in beslag neemt of dat de waterige oplossingen langer blijven staan dan nodig is; een en ander houdt verband met geleidelijke omzettingen van cyaanamide in ureum.
  - 9.3. Tijdens het neerslaan van ureum met xanthydroloreagens is het noodzakelijk dat de verhouding waterige oplossing : azijnzuur 20 : 40 bedraagt.
  - 9.4. Indien het neerslag na het langzaam en geleidelijk toevoegen van het xanthydroloreagens niet reeds is ontstaan of niet vrijwel onmiddellijk daarna ontstaat, dient de bepaling te worden herhaald. Gebruik in dit geval 10 ml van een 10 % oplossing van xanthydrool in ethanol of methanol.
  - 9.5. In gevallen van hoge concentraties aan ureumstikstof en zeker wanneer het monster meer dan 9% ureumstikstof bevat, verdient het aanbeveling om ten minste 10 ml van het filtraat te nemen, 10 ml water en 40 ml azijnzuur toe te voegen en een neerslagreactie met 10 ml van een 10 % xanthydroloplossing uit te voeren. Indien het monster meer dan 18% ureumstikstof bevat, dient een passende tussenverduunning te worden gemaakt. Houd hiermee rekening bij de berekening van het gehalte aan ureumstikstof.
-

## 9. Observations

- 9.1. Il est parfois nécessaire de doubler les quantités des solutions Carrez I et Carrez II lorsque le filtrat obtenu avec les quantités prescrites n'est pas limpide. C'est surtout en présence de protéines qui forment facilement des suspensions colloïdales dans l'eau et/ou en présence de composés colorés (p.e. farine de sang) que la quantité de 1 g de charbon actif est insuffisante et qu'il est nécessaire d'en ajouter 1,5 g.
  - 9.2. L'azote cyanamidé ne gêne pas le dosage. Il faut cependant éviter que la préparation de la solution prenne trop de temps ou que les solutions aqueuses reposent plus longtemps que nécessaire. Dans ces cas, une transformation graduelle de cyanamide en urée peut se produire.
  - 9.3. Pendant la précipitation de l'urée au moyen du réactif au xanthydro, il est indispensable de maintenir le rapport solution aqueuse : acide acétique à 20 : 40.
  - 9.4. Lorsque le précipité ne s'est pas encore formé après l'addition lente et graduelle du réactif au xanthydro ou ne se forme pas immédiatement après, la détermination doit être recommencée. Utiliser dans ce cas 10 ml d'une solution à 10 % de xanthydro dans le méthanol ou l'éthanol.
  - 9.5. 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 à recommander de prélever au moins 10 ml du filtrat, d'ajouter 10 ml d'eau et 40 ml d'acide acétique et d'effectuer la précipitation avec 10 ml d'une solution de xanthydro à 10 %. Lorsque l'échantillon contient plus de 18 % d'azote uréique, effectuer une dilution intermédiaire appropriée. En tenir compte lors du calcul de la teneur en azote uréique.
-

**Methode BNL-N-6 :****Bepaling van ureumstikstof (tot en met 3 %) bij aanwezigheid van organische stof****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het ureumstikstofgehalte in alle producten die ten hoogste 3 % ureumstikstof en geen ureumverbindingen bevatten en die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Ureum wordt door middel van urease omgezet in ammoniak. De vrijkomende ammoniak reageert met een bekende, meer dan voldoende hoeveelheid gesteld zoutzuur. De overmaat zoutzuur wordt teruggetitreerd met een natriumhydroxide-oplossing van bepaalde molariteit.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

3.1. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$

Verdun 500 ml zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ), met water tot 1 liter

3.2. Verzadigde bariumhydroxyde-oplossing

Weeg 100 g bariumhydroxide ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) af en voeg 1 liter water toe. Verwarm het mengsel onder voortdurend roeren tot de vloeistof enkele minuten kookt. Koel af.

3.3. Natriumcarbonaatoplossing,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \approx 0,95 \text{ mol/l}$

Los 100 g natriumcarbonaat op in 1 liter water

3.4. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/l}$

Verdun 330 ml zoutzuuroplossing (3.1) met water tot 1 liter

3.5. Natriumhydroxyde-oplossing (vrij van carbonaten), gestelde oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

**Méthode BNL-N-6:****Détermination de la teneur en azote uréique (jusque 3 %) en présence de matières organiques****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en azote uréique dans tous les produits ne contenant pas plus de 3 % d'azote uréique, et exempt de composés d'urée et qui sont mentionnés à l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

L'urée est transformée en ammoniac à l'aide d'uréase. L'ammoniac libéré réagit avec une quantité connue d'acide chlorhydrique titré en excès. L'excès d'acide chlorhydrique est titré en retour avec une solution d'hydroxyde de sodium de molarité déterminée.

**3. Réactifs et accessoires****3.1. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$** 

Diluer 500 ml d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) avec de l'eau jusqu'à l'obtention de 1 litre.

**3.2. Solution saturée d'hydroxyde de baryum**

Peser 100 g d'hydroxyde de baryum ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) et ajouter 1 litre d'eau. Porter le mélange à ébullition pendant quelques minutes sous agitation constante. Laisser refroidir.

**3.3. Solution de carbonate de sodium,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \approx 0,95 \text{ mol/l}$** 

Dissoudre 100 g de carbonate de sodium dans 1 litre d'eau.

**3.4. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/l}$** 

Diluer 330 ml d'une solution d'acide chlorhydrique (3.1) avec de l'eau jusqu'à l'obtention de 1 litre.

**3.5. Solution titrée d'hydroxyde de sodium (exempte de carbonates),  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$**

3.6. Zoutzuuroplossing, gestelde oplossing,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$

3.7. Urease-suspensie

Suspendeer 0,5 g actieve urease in 100 ml water. Breng met een zoutzuuroplossing (3.6.) en met behulp van een pH-meter op  $\text{pH}=5,4$ . Gebruik hiervoor gelyofiliseerde urease (EC 3.5.1.5.) met een specifieke activiteit van 5 U/mg. Controleer de activiteit van de urease met behulp van een ureum-oplossing.

3.8. Indicatoroplossing

Los 1 g methylrood op in 37 ml natriumhydroxide-oplossing (3.5) en vul met water aan tot 1 liter en meng. Los 1 g methyleenblauw op in 1 liter water. Meng één volumedeel methylroodoplossing met twee volumedelen methyleenblauwoplossing. Deze indicator is violet in zuur milieu, grijs bij  $\text{pH } 5,4$  en groen in alkalisch milieu.

3.9. Ureum ( $\text{NH}_2\text{CONH}_2$ )

#### 4. Apparatuur

4.1. Roteermolen met 35 tot 40 omwentelingen per minuut

4.2. Toestel voor de bepaling van de ureumstikstof (zie methode EG 2.6.1, figuur 7, van Publicatieblad L 213 van 22 augustus 1977)

4.3. pH-meter

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie hoofdstuk I.

3.6. Solution titrée d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$

3.7. Suspension d'uréase

Suspendre 0,5 g d'uréase active dans 100 ml d'eau. Porter le pH à 5,4 avec une solution d'acide chlorhydrique (3.6) et un pH-mètre. Utiliser à cet effet de l'uréase lyophilisée (EC 3.5.1.5.) avec une activité spécifique de 5 U/mg. Contrôler l'activité de l'uréase à l'aide d'une solution d'urée.

3.8. Indicateur

Dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 37 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium (3.5.), porter à 1 l avec de l'eau et mélanger. Dissoudre 1 g de bleu de méthylène dans 1 litre d'eau. Mélanger 1 volume de la solution de rouge de méthyle avec 2 volumes de la solution de bleu de méthylène. Cet indicateur est violet en milieu acide, gris pour un pH = 5,4 et vert en milieu alcalin.

3.9. Urée ( $\text{NH}_2\text{CONH}_2$ ).

#### 4. Appareillage

4.1. Agitateur rotatif réglable à 35 à 40 tours par minute

4.2. Appareil pour la détermination de l'azote uréique (voir méthode CE 2.8.1, figure 7, Journal officiel L 213 du 22 août 1977)

4.3. pH-mètre

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir Chapitre I.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Bepaling van de stikstof

Weeg, tot op 1 mg nauwkeurig, 10 g analysemonster in een maatkolf van 500 ml. Voeg hieraan 50 ml water toe en vervolgens 20 ml zoutzuuroplossing (3.1). Zwenk om en laat staan tot een eventuele koolzuurontwikkeling beëindigd is. Voeg vervolgens 400 ml water toe en roteer (4.1) gedurende een half uur. Vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer.

Pipetteer een hoeveelheid filtraat die niet meer dan 250 mg ureumstikstof bevat in een maatkolf van 500 ml. Voeg ter verwijdering van fosfaten zoveel verzadigde bariumhydroxyde-oplossing (3.2) toe, dat een nieuwe toevoeging geen precipitatie meer veroorzaakt. Verwijder de overmaat bariumionen (en de eventueel opgeloste calciumionen) met behulp van een natriumcarbonaatoplossing (3.3). Laat bezinken en controleer of de precipitatie volledig is. Vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer door een vouwfilter. Pipetteer 50 ml filtraat in de conische kolf van het toestel voor bepaling van ureumstikstof.

Breng de oplossing met zoutzuur (3.4) op een pH van 3,0 met behulp van een pH-meter (4.3). Breng de pH tenslotte op 5,4 met behulp van natriumhydroxyde-oplossing (3.5). Sluit de conische kolf door middel van een doorboorde rubber stop, voorzien van een trechter met kraan en een opvanginrichting, die precies 2 ml gesteld zoutzuur (3.6) bevat.

#### Opmerking

*Deze bewerking is noodzakelijk om ammoniakverliezen tijdens de omzetting met behulp van urease te voorkomen.*

Voeg via de trechter 20 ml urease-suspensie (3.7) toe en laat gedurende 1 uur staan bij 20 à 25° C. Pipetteer vervolgens 25 ml gesteld zoutzuur (3.6) 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 natriumhydroxyde-oplossing (3.5) tot pH=5,4 met behulp van een pH-meter (4.3).



## 6. Mode opératoire

### 6.1. Dosage de l'azote

Peser à 1 mg près 10 g de l'échantillon à analyser et introduire cette quantité dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter 50 ml d'eau, puis 20 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1.). Agiter à la main et laisser reposer jusqu'à la 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 (4.1.). Porter à 500 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer.

A l'aide d'une pipette, introduire dans un ballon jaugé de 500 ml une quantité de filtrat ne contenant pas plus de 250 mg d'azote uréique. Pour éliminer les phosphates, ajouter une quantité de solution saturée d'hydroxyde de baryum (3.2.) telle qu'une nouvelle addition n'entraîne plus de précipitation. Éliminer l'excès d'ions baryum (et les ions calcium éventuellement dissous) à l'aide d'une solution de carbonate de sodium (3.3.). Laisser sédimenter et vérifier si la précipitation est complète. Porter à 500 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer sur filtre plissé. A l'aide d'une pipette, introduire 50 ml du filtrat dans le vase conique de l'appareil pour la détermination de l'azote uréique.

Acidifier la solution avec l'acide chlorhydrique (3.4) jusqu'à un pH de 3,0 mesuré au pH-mètre (4.3.). Porter ensuite le pH à 5,4 à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (3.5.). 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 (3.6.).

#### Observation

*Cette opération s'impose pour éviter les pertes d'ammoniac durant la transformation à l'aide de l'uréase.*

Introduire par l'entonnoir 20 ml de la suspension d'uréase (3.7.) et laisser reposer pendant 1 heure à 20° C – 25° C. Introduire ensuite à l'aide d'une pipette 25 ml de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.6.) dans l'entonnoir, laisser couler dans la solution et rincer avec un peu d'eau. Transférer également quantitativement le contenu du récipient dans le ballon. Titrer l'excès d'acide au moyen de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.5.) jusqu'à obtention d'un pH de 5,4 mesuré au pH-mètre (4.3.).

## 6.2. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling onder dezelfde omstandigheden, waarbij het analysemonster wordt vervangen door water.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan ureumstikstof uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N) met de formule:

$$w_N = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14 \cdot v_{e1} \cdot v_{e2}}{1000 \cdot v_{a1} \cdot v_{a2} \cdot m} \cdot 100 \%$$

waarin

- $w_N$  het gehalte aan ureumstikstof is, in % (m/m)
- $v_0$  het volume van de natriumhydroxyde-oplossing (3.5) is, gebruikt bij de blancobepaling, in ml
- $v_1$  het volume van de natriumhydroxyde-oplossing (3.5) is, gebruikt bij de bepaling, in ml
- $c$  de concentratie van de natriumhydroxide-oplossing (3.5) is, in mol/liter
- $v_{e1}$  het volume van de extractieoplossing is, in ml
- $v_{e2}$  het volume van de oplossing is na behandeling met bariumhydroxide- en natriumcarbonaatoplossing, in ml
- $v_{a1}$  het volume van het aliquot uit de extractie-oplossing is, in ml
- $v_{a2}$  het volume van het aliquot is dat in de conische kolf wordt gepipetteerd, in ml
- $m$  de massa van het analysemonster is, in g

## 8. Controle van de methode

Voer de analyse uit met een aliquot van een vers bereide oplossing van ureum (3.9) die ongeveer een zelfde hoeveelheid ureumstikstof bevat als de in bewerking genomen hoeveelheid filtraat.

## 6.2. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, l'échantillon à analyser étant remplacé par de l'eau.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en azote uréique exprimée en pourcentage en masse d'azote (% N) selon la formule suivante :

$$w_N = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14 \cdot v_{e1} \cdot v_{a2}}{1000 \cdot v_{e1} \cdot v_{a2} \cdot m} \cdot 100 \%$$

dans laquelle

$w_N$  est la teneur en azote uréique en pour cent (m/m)

$v_0$  est le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.5.) utilisée pour la détermination à blanc

$v_1$  est le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.5.) utilisée pour la détermination

$c$  est la concentration en mol/l de la solution d'hydroxyde de sodium (3.5.)

$v_{e1}$  est le volume en ml de la solution destinée à l'extraction

$v_{a2}$  est le volume en ml de la solution après traitement avec une solution d'hydroxyde de baryum et de carbonate de sodium

$v_{e1}$  est le volume en ml de la part aliquote de la solution destinée à l'extraction

$v_{a2}$  est le volume en ml de la part aliquote introduite à l'aide d'une pipette dans le ballon conique

$m$  est la masse en g de l'échantillon à analyser

## 8. Contrôle de la méthode

Effectuer l'analyse avec une part aliquote d'une solution d'urée (3.9.) fraîchement préparée contenant approximativement la même quantité d'azote uréique que la quantité de filtrat traitée.

**9. Opmerkingen**

- 9.1. Na de precipitatie door de bariumhydroxyde- en natriumcarbonaatoplossingen dient de oplossing zo snel mogelijk tot 500 ml te worden aangevuld, gefiltreerd en op de juiste pH te worden gebracht.
  
  - 9.2. De titratie kan ook worden uitgevoerd met behulp van 0,4 ml indicatoroplossing (3.8), de omslag is hierbij echter moeilijker waarneembaar.
-

**9. Observations**

- 9.1. Après précipitation par les solutions d'hydroxyde de baryum et de carbonate de sodium, il convient de porter la solution le plus rapidement possible à 500 ml, de la filtrer et de l'ajuster au pH exact.
  
  - 9.2. La titration peut également s'effectuer au moyen de 0,4 ml d'indicateur (3.8.) mais le point de virage est alors plus difficile à observer.
-

**Methode BNL-N-7 :****Bepaling van de in pepsine-zoutzuur oplosbare organisch gebonden stikstof****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan in pepsine-zoutzuur oplosbare organisch gebonden stikstof in vismeel, diermeel, verenmeel, beendermeel, wolafval, ledermeel, bijproducten van de bewerking van vellen, galaliet in poeder, hoornmeel en andere producten van dierlijke oorsprong.

**2. Principe**

Het monster wordt in zoutzuurmilieu aan de inwerking van pepsine onderworpen. In het filtraat wordt de opgeloste organische stikstof bepaald volgens de methode BNL-N-1.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

3.1. Pepsine EC 3.4.23.1, specifieke werking: tenminste 2500 U/g

3.2. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 7,5 \text{ mol/liter}$

Verdun 625 ml zoutzuur ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) met water tot 1 liter.

3.3. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 0,075 \text{ mol/l}$

Verdun 10 ml zoutzuuroplossing (3.2) met water tot 1 liter.

3.4. Vers bereide pepsine-oplossing in zoutzuur, 0,02 % (m/v)

Los 0,02 g pepsine op in 100 ml zoutzuur (3.3).

3.5. Antischuimmiddel

3.6. Reagentia nodig voor de toepassing van de methode BNL-N-1

**Méthode BNL-N-7:****Détermination de la teneur en azote organique soluble par la pepsine en milieu chlorhydrique****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en azote organique soluble par la pepsine en milieu chlorhydrique dans la farine de poisson, la farine animale, la farine de plumes, la poudre d'os, les déchets de laine, la poudre de cuir, les sous-produits du traitement des peaux, la galalithe en poudre, la poudre de corne et d'autres produits d'origine animale.

**2. Principe**

L'échantillon est soumis à l'action de la pepsine en milieu chlorhydrique.

L'azote organique solubilisé est déterminé dans le filtrat selon la méthode BNL-N-1.

**3. Réactifs et accessoires**

3.1. Pepsine EC 3.4.23.1, activité spécifique: au moins 2.500 U/g.

3.2. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 7,5 \text{ mol/l}$

Diluer 625 ml d'acide chlorhydrique ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) avec de l'eau jusqu'à l'obtention de 1 litre.

3.3. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 0,075 \text{ mol/l}$

Diluer 10 ml d'une solution d'acide chlorhydrique (3.2.) avec de l'eau jusqu'à l'obtention de 1 litre.

3.4. Solution fraîchement préparée à 0,02 % de pepsine dans l'acide chlorhydrique (m/v)

Dissoudre 0,02 g de pepsine dans 100 ml d'acide chlorhydrique (3.3.).

3.5. Antimousse

3.6. Réactifs nécessaires pour l'exécution de la méthode BNL-N-1

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Destilleertoestel (zie BNL-N-1)
- 4.2. Maatkolf van 500 ml
- 4.3. Waterbad of incubatiestoof ingesteld op  $40^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Het voor analyse bestemde monster dient zeer zorgvuldig te worden gemengd indien:

- het monster aan de in de Reglementering gestelde fijnheidseisen voldoet (ten minste 70 % door een zeef met openingen van 1 mm en ten minste 90 % door een zeef van 2 mm)
- het monster van wolafval of bijprodukten van de bereiding van vellen (produkten waaraan in de Reglementering geen fijnheidseisen zijn gesteld) voor ten minste 90 % door een zeef met openingen van 2 mm gaat

In andere gevallen dient het volledige monster, al naar gelang zijn aard, tot zeer kleine stukjes gesneden en/of ontvet en/of voorgedroogd te worden, teneinde het te kunnen malen tot het zo mogelijk door een zeef met openingen van 2 mm gaat.

Het zeer zorgvuldig gemengd monster dient in een droog hermetisch gesloten fles te worden bewaard. Verricht bovengenoemde bewerkingen zo snel mogelijk na opening van de verpakking.

#### 6. Werkwijze

##### 6.1. Extractie

Weeg 2 g analysemonster, tot op 1 mg nauwkeurig, af in een maatkolf van 500 ml. Voeg 450 ml van de tot  $40^{\circ}\text{C}$  verwarmde pepsine-zoutzuuroplossing (3.4) toe en schud zodanig dat er geen klonters gevormd worden. De pH van de suspensie moet bij het begin van de bepaling lager zijn dan 1,7. Plaats de maatkolf in een waterbad of in een incubatiestoof bij een temperatuur van  $40^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  (4.3). Zwenk de kolf om na 8 uur, 24 uur en 32 uur. Voeg na 48 uur 15 ml zoutzuur (3.2) toe, koel af tot  $20^{\circ}\text{C}$ , vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer door een vouwfilter.



#### 4. Appareillage

- 4.1. Appareil à distiller (cf. BNL-N-1)
- 4.2. Ballon jaugé de 500 ml
- 4.3. Bain d'eau ou étuve d'incubation réglée à  $40^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$

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

L'échantillon destiné à l'analyse doit être mélangé très soigneusement si :

- l'échantillon 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) ;
- l'échantillon de déchets de laine ou de sous-produits du traitement de peaux (produits pour lesquels aucune exigence réglementaire de finesse n'est fixée) passe pour au moins 90 % au tamis à ouvertures de 2 mm.

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

L'échantillon très soigneusement mélangé est conservé en flacon sec et hermétique. Effectuer les opérations susmentionnées aussi rapidement que possible après l'ouverture de l'emballage.

#### 6. Mode opératoire

##### 6.1. Extraction

Peser à 1 mg près 2g de l'échantillon à analyser dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter 450 ml de la solution de pepsine chlorhydrique (3.4.) chauffée à  $40^{\circ}\text{C}$  et agiter de manière à éviter la formation de grumeaux. La valeur du pH de la suspension doit être inférieure à 1,7 au début de la détermination. Placer le ballon jaugé dans un bain d'eau ou une étuve à incubation à  $40^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  (4.3.). Agiter le contenu du flacon à la main après 8 heures, 24 heures et 32 heures. Après 48 heures, ajouter 15 ml d'acide chlorhydrique (3.2.), refroidir le contenu du ballon à  $20^{\circ}\text{C}$ , porter à 500 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer sur filtre plissé.

## 6.2. Bepaling van de stikstof

Pipetteer een aliquot van het filtraat (bv. 250 ml) in een destructiekolf, voeg enkele glaspereels en de reagentia toe, die benodigd zijn voor de destructie (zie BNL-N-1) en verhit. Houd de oplossing krachtig aan de kook en voeg, indien een sterke schuimvorming plaatsvindt, een weinig antischuimmiddel (3.5) toe. Verwijder, wanneer het grootste gedeelte van het water is verdampt, de laatste resten water voorzichtig onder vermindering van de warmtetoevoer. Koel af en ga over tot destillatie en titratie, zoals beschreven in de methode BNL-N-1.

## 6.3. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling met dezelfde hoeveelheden pepsine en zoutzuur als voor de bepaling van het analysemonster, echter onder weglating van het analysemonster.

## 7. Berekening

Bereken het percentage aan in pepsine-zoutzuur oplosbare organische stikstof uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N) met de volgende formule:

$$w_N = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14 \cdot v_e}{1000 \cdot v_a \cdot m} \cdot 100 \%$$

waarin

- $w_N$  het gehalte aan in pepsine-zoutzuur oplosbare organische stikstof is, in % N
- $v_0$  het volume natriumhydroxide-oplossing is volgens BNL-N-1 (3.9 of 3.10), gebruikt bij de titratie in de blancobepaling, in ml
- $v_1$  het volume van de bij de titratie gebruikte natriumhydroxide-oplossing is volgens BNL-N-1 (3.9 of 3.10), in ml
- $c$  de molariteit (mol/l) van de bij de titratie gebruikte natriumhydroxide-oplossing is volgens BNL-N-1 (3.9 of 3.10)
- $v_e$  het volume van de extractie-oplossing is, in ml
- $v_a$  het volume van het aliquot van het filtraat is, in ml
- $m$  de massa van het analysemonster is, in g

### 6.2. Dosage de l'azote

Introduire à la pipette dans un ballon Kjeldahl une part aliquote du filtrat (p.e. 250 ml), ajouter quelques billes de verre et les réactifs nécessaires à la minéralisation (voir BNL-N-1) et chauffer. Maintenir la solution à vive ébullition et, si une quantité importante de mousse se forme, y ajouter quelques gouttes d'antimousse (3.5). Lorsque la plus grande partie de l'eau est évaporée, éliminer le restant d'eau avec précaution en modérant le chauffage. Laisser refroidir et procéder à la distillation et à la titration comme décrit à la méthode BNL-N-1.

### 6.3. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc avec les mêmes quantités de pepsine et d'acide chlorhydrique que pour la détermination de l'échantillon à analyser, toutefois sans ce dernier.

## 7. Calcul

Calculer le taux d'azote organique soluble dans la pepsine chlorhydrique, exprimé en pourcentage en masse d'azote (% N) selon la formule suivante :

$$w_N = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14 \cdot v_e}{1000 \cdot v_a \cdot m} \cdot 100 \%$$

dans laquelle

- $w_N$  est la teneur en %N en azote organique soluble dans la pepsine chlorhydrique
  - $v_0$  est le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour le titrage dans la détermination à blanc selon BNL-N-1 (3.9. ou 3.10.)
  - $v_1$  est le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.9. ou 3.10.) utilisée pour le titrage selon BNL-N-1 (3.9. ou 3.10.)
  - $c$  est la molarité (mol/l) de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour le titrage selon BNL-N-1 (3.9. ou 3.10.)
  - $v_e$  est le volume en ml de la solution destinée à l'extraction
  - $v_a$  est le volume en ml de la part aliquote du filtrat
  - $m$  est la masse en g de l'échantillon à analyser.
-

**Methode BNL-N-8 :****Bepaling van stikstof gelijktijdig in diverse vormen aanwezig, in aanwezigheid van organische stof****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan stikstof totaal en dat van andere aanwezige stikstofverbindingen. Ze geldt voor alle producten die stikstof in ammoniacale, nitraat-, ureum-, cyaanamide- en organische vorm kunnen bevatten en die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Stikstof totaal, ammoniumstikstof, nitraatstikstof en ureumstikstof worden bepaald volgens de methoden BNL-N-1 tot BNL-N-6. Cyaanamidestikstof wordt bepaald volgens EEG-methode 2.4.

Organische stikstof wordt bepaald door berekening van het verschil tussen stikstof totaal en andere aanwezige stikstofvormen.

Een kwalitatieve bepaling volgens BNL-N-0 kan vooraf worden verricht om de aanwezigheid van ammonium-, nitraat- of ureumstikstof aan te tonen.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

Zie methoden BNL-N-0 tot BNL-N-6 en EEG 2.4.

**4. Apparatuur**

Zie methoden BNL-N-0 tot BNL-N-6 en EEG 2.4.

**5. Werkwijze****5.1. Stikstof totaal**

- a. Bepaling volgens methode BNL-N-1 bij afwezigheid van nitraatstikstof of
- b. Bepaling volgens methode BNL-N-4 bij aanwezigheid van nitraatstikstof

**5.2. Ammoniumstikstof**

Bepaling volgens methode BNL-N-2

**Méthode BNL-N-8 :**

**Détermination de la teneur en azote présent simultanément sous diverses formes, en présence de matières organiques**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en azote total et en autres composés azotés présents. Elle s'applique à tous les produits contenant de l'azote sous forme ammoniacale, nitrique, uréique, cyanamidée et organique et mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

L'azote total, l'azote ammoniacal, l'azote nitrique et l'azote uréique sont déterminés selon les méthodes BNL-N-1 à BNL-N-6.

L'azote cyanamidé est déterminé selon la méthode CEE 2.4.

L'azote organique est déterminé par le calcul de la différence entre l'azote total et les autres formes d'azote présentes.

Un test qualitatif selon BNL-N-O peut être effectué préalablement pour détecter la présence d'azote ammoniacal, nitrique ou uréique.

**3. Réactifs et accessoires**

Voir méthodes BNL-N-0 à BNL-N-6 et CEE 2.4.

**4. Appareillage**

Voir méthodes BNL-N-0 à BNL-N-6 et CEE 2.4.

**5. Mode opératoire****5.1. Azote total**

- a. En l'absence d'azote nitrique : détermination selon la méthode BNL-N-1.
- b. En présence d'azote nitrique : détermination selon la méthode BNL-N-4.

**5.2. Azote ammoniacal**

Détermination selon la méthode BNL-N-2.

5.3. Nitraatstikstof

Bepaling volgens methode BNL-N-3

5.4. Ureumstikstof

Bepaling volgens methode BNL-N-5 of BNL-N-6

5.5. Cyaanamidestikstof

Bepaling volgens EEG-methode 2.4

5.6. Organische stikstof

Bepaling door berekening van het verschil tussen stikstof totaal en de som van andere aanwezige stikstofvormen  $5.1 - (5.2 + 5.3 + 5.4 + 5.5)$

---

- 5.3. Azote nitrique  
Détermination selon la méthode BNL-N-3.
  - 5.4. Azote uréique  
Détermination selon la méthode BNL-N-5 ou BNL-N-6.
  - 5.5. Azote cyanamidé  
Détermination selon la méthode CEE 2.4.
  - 5.6. Azote organique  
Détermination par le calcul de la différence entre l'azote total et la somme des autres formes d'azote présentes 5.1. - (5.2. + 5.3. + 5.4. + 5.5.)
-

**Methode BNL-N-9 :****Bepaling van ureumstikstof en/of ammoniumstikstof in aanwezigheid van ureumaldehydecondensaten****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van ureumstikstof en/of ammoniumstikstof in producten die ureumaldehydecondensaten bevatten en die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Ureum en eventueel aanwezige ammoniumzouten worden opgelost in water. In het filtraat wordt ureum kwantitatief gehydrolyseerd tot ammoniak met behulp van urease. De aldus gevormde ammoniak en de oorspronkelijk aanwezige ammoniak worden na alkalisch maken van de oplossing door een luchtstroom uitgedreven en opgevangen in een bekende, meer dan voldoende hoeveelheid gesteld zwavelzuur. De overmaat zuur wordt teruggetitreerd met natriumhydroxide-oplossing van bepaalde molariteit. De oorspronkelijk aanwezige ammoniumstikstof wordt op gelijke wijze bepaald, echter zonder toevoeging van urease.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

- 3.1. Natriumhydroxide-oplossing (vrij van carbonaten), gestelde oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  of  $0,25 \text{ mol/l}$
- 3.2. Dinatriumzout van ethyleendiaminetetra-azijnzuur ( $\text{Na}_2\text{-EDTA}$  ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ))
- 3.3. Antischuimmiddel (bv. 2-octanol)
- 3.4. Urease, gelyofiliseerd, met een specifieke activiteit van 5 U/mg  
Controleer de activiteit met behulp van een ureum-oplossing.



**Méthode BNL-N-9****Détermination de la teneur en azote uréique et/ou ammoniacal en présence de produits de condensation aldéhyde urée****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en azote uréique et/ou ammoniacal dans les produits contenant des condensats aldéhyde urée et mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

L'urée et les sels ammoniacaux éventuellement présents sont dissous dans l'eau. Dans le filtrat, l'urée est hydrolysée quantitativement en ammoniac à l'aide de l'uréase. Après alcalinisation, l'ammoniac formé et l'ammoniac préexistant sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans un volume connu d'acide sulfurique titré en excès. L'excès d'acide est titré en retour avec une solution d'hydroxyde de sodium de molarité déterminée.

L'azote ammoniacal préexistant est déterminé de la même façon, mais sans addition d'uréase.

**3. Réactifs et accessoires**

- 3.1. Solution titrée d'hydroxyde de sodium (exempte de carbonates),  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  ou  $0,25 \text{ mol/l}$
- 3.2. Sel disodique de l'acide éthylènediaminetétraacétique ( $\text{Na}_2\text{-EDTA}$  ;  $(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ )
- 3.3. Antimousse (par exemple, 2-octanol)
- 3.4. Uréase lyophilisée d'une activité spécifique de  $5 \text{ U/mg}$ .  
Contrôler l'activité à l'aide d'une solution d'urée.

- 3.5. Zwavelzuur, gestelde oplossing,  $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$  of  $0,1 \text{ mol/l}$
- 3.6. Kaliumcarbonaatoplossing, verzadigd  
Voeg 100 ml water toe aan 100 g kaliumcarbonaat ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) en verwarm het mengsel onder voortdurend roeren tot de vloeistof enkele minuten kookt. Koel af en filtreer.
- 3.7. Indicatoroplossing
- 3.7.1. Mengindicatoroplossing  
Los 1 g methylrood op in 37 ml natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  (3.1.), en vul met water aan tot 1 liter en meng. Los 1 g methyleen-blauw op in 1 liter water. Meng één volumedeel methylrood-oplossing met twee volumedelen methyleenblauwoplossing. Deze indicator is violet in zuur milieu, grijs bij pH 5,4 en groen in alkalisch milieu.
- 3.7.2. Methylroodoplossing  
Los 0,1 g methylrood op in 50 ml ethanol van 96 % (v/v), vul aan met water tot 100 ml, meng en filtreer.
- 3.8. Ureum ( $\text{NH}_2\text{CONH}_2$ )
- 3.9. Ammoniumsulfaat ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ )
- 3.10. Fosfaatbufferoplossing, pH=8  
Los 27,23 g kaliumdihydrogeenfosfaat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) op in 1 liter water. Meng 250 ml van deze oplossing met 490 ml natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  (3.1.), en vul met water aan tot 1 liter en meng. Controleer de pH met behulp van de pH-meter (4.4).

- 3.5. Solution titrée d'acide sulfurique,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$  ou  $0,1 \text{ mol/l}$
- 3.6. Solution saturée de carbonate de potassium  
Ajouter 100 ml d'eau à 100 g de carbonate de potassium ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) et chauffer le mélange sous agitation constante jusqu'à l'ébullition du liquide pendant quelques minutes. Laisser refroidir et filtrer.
- 3.7. Indicateur
- 3.7.1. Indicateur mixte  
Dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 37 ml d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  (3.1), porter à 1 litre avec de l'eau et mélanger. Dissoudre 1 g de bleu de méthylène dans 1 litre d'eau. Mélanger un volume de la solution de rouge de méthyle avec deux volumes de la solution de bleu de méthylène. Cet indicateur est violet en solution acide, gris pour un pH 5,4 et vert en solution alcaline.
- 3.7.2. Solution de rouge de méthyle  
Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol à 96 % (v/v), porter à 100 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer.
- 3.8. Urée ( $\text{NH}_2\text{CONH}_2$ )
- 3.9. Sulfate d'ammonium ( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ )
- 3.10. Solution tampon phosphate, pH 8  
Dissoudre 27,23 g de dihydrogénophosphate de potassium ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) dans 1 litre d'eau. Mélanger 250 ml de cette solution avec 490 ml de la solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  (3.1.), porter à 1 litre avec de l'eau et mélanger. Contrôler le pH à l'aide d'un pH-mètre (4.4.).

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Uitblaastoestel (zie EEG-Publikatieblad nr. L 213/45 van 22.08.1977 methode 2.6.1 punt 5.2)

Het toestel bestaat uit een speciaal vat met slijpstukken A, voorzien van een afsluitbare zijhals, van een verbindingsbuis met spatbol, van een verticaal staande luchtinleidbuis C en een opvangvat B met luchtinleidbuis D. De buizen kunnen ook eenvoudig met het vat worden verbonden met behulp van een doorboorde rubberstop. De vorm van de ondereinden van de luchtinleidbuizen is belangrijk, omdat de gasbellen goed verdeeld moeten worden in de oplossingen in het destillatievat en de opvangkolf. Het beste voldoen paddestoelvormige verdeelstukken voorzien van een uitwendige doorsnede van 20 mm met in de buitenste rand zes openingen van 1 mm doorsnede.

- 4.2. Debietmeter

- 4.3. Roteermolen met 35 à 40 omwentelingen per minuut

- 4.4. pH-meter

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

#### 6. Werkwijze

- 6.1. Bepaling van ureumstikstof en ammoniumstikstof

Weeg, op 0,001 g nauwkeurig, 10 g van het analysemonster af in een maatkolf van 500 ml. Voeg 400 ml water toe en roteeer (4.3) gedurende 30 minuten. Vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer over een vouwfilter. Pipetteer 20 ml zwavelzuuroplossing,  $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0,5$  mol/liter, (3.5) in de opvangkolf B. Voeg 0,4 ml mengindicatoroplossing of 5 druppels methylroodoplossing toe en zoveel water dat het vloeistofniveau ongeveer 5 cm boven de openingen van de luchtinleidbuis D staat. Pipetteer een hoeveelheid filtraat, waarin ten hoogste 50 mg ureumstikstof aanwezig is, in het vat A en vul zo nodig met water aan tot ca. 100 ml.

#### 4. Appareillage

- 4.1. Appareil d'entraînement de l'air (cf. J.O. de la CEE n° L 213/45 du 22.08.1977 méthode 2.6.1. point 5.2)

L'appareil est constitué d'un récipient rodé de forme spéciale A, muni d'un col latéral obturable, d'un tube de raccordement avec boule de sécurité, d'un tube perpendiculaire d'arrivée d'air C et d'un absorbeur B avec tube d'arrivée d'air D. Les tubes peuvent être raccordés au récipient au moyen d'un simple bouchon en caoutchouc perforé. La forme des extrémités inférieures des tubes d'arrivée d'air est importante parce que les bulles de gaz doivent être parfaitement réparties dans les solutions contenues dans le récipient de distillation et l'absorbeur. Le meilleur dispositif est constitué de petites pièces fongiformes d'un diamètre extérieur de 20 mm, pourvues à leur extrémité de six ouvertures d'un mm de diamètre.

- 4.2. Débitmètre

- 4.3. Agitateur mécanique rotatif réglé à 35 à 40 rotations par minute

- 4.4. pH-mètre

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir Chapitre I.

#### 6. Mode opératoire

- 6.1. Détermination de l'azote uréique et ammoniacal

Peser à 0,001 g près 10 g de l'échantillon analyser et l'introduire dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter 400 ml d'eau et agiter à l'aide de l'agitateur rotatif (4.3.) pendant 30 minutes. Porter à 500 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer sur un filtre plissé. Introduire à la pipette dans le flacon récepteur B 20,0 ml d'acide sulfurique,  $c(1/2H_2SO_4) = 0,5 \text{ mol/l}$  (3.5.). Ajouter 0,4 ml de l'indicateur mixte ou 5 gouttes de la solution de rouge de méthyle et suffisamment d'eau pour que le niveau du liquide se situe à environ 5 cm au-dessus des ouvertures du tube d'arrivée d'air D.

Introduire à la pipette dans le récipient A une quantité de filtrat contenant au maximum 50 mg d'azote uréique et porter si nécessaire à environ 100 ml avec de l'eau.

Opmerking

*De gepipetteerde hoeveelheid filtraat mag ten hoogste 100 ml bedragen.*

Breng de oplossing met behulp van een pH-meter (4.4) op pH=7 door druppelsgewijs natriumhydroxide-oplossing (3.1) van geschikte sterkte toe te voegen. Voeg 1 g dinatrium-EDTA (3.2), enkele druppels antischuimmiddel (3.3), 25 ml fosfaatbufferoplossing (3.10) en ca. 200 mg urease (3.4) toe. Verbind het vat A onmiddellijk met de rest van het apparaat.

Laat de reactie gedurende 2 uur bij kamertemperatuur verlopen, terwijl langzaam lucht door de oplossing wordt geleid. Voeg dan via de zijhals van vat A 40 ml verzadigde kaliumcarbonaatoplossing (3.6) toe. Leid gedurende 4 uur een krachtige luchtstroom door de vloeistof in vat A en vang de ammoniak op in de zwavelzuuroplossing in opvangkolf B.

Opmerking

*Stel de snelheid van de luchtstroom met behulp van een debietmeter (4.2) in op ca. 3 liter/minuut. De lucht dient vooraf te worden gezuiverd met behulp van 2 gaswasflessen met respectievelijk zwavelzuuroplossing (3.5) en natriumhydroxide-oplossing (3.1).*

In plaats van een krachtige luchtstroom kan ook van een waterstraalluchtpomp gebruik worden gemaakt om de ammoniak in de zwavelzuuroplossing in kolf B op te vangen. Neem in dit geval voor kolf B een vacuümvat.

Controleer met lakmoespapier of de ammoniak kwantitatief is overgegaan in de zwavelzuuroplossing. Spoel na het beëindigen van de destillatie het uiteinde van de luchtinleidbuis D en de wand van de opvangkolf B met een weinig water.

Titreer de overmaat zuur met natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$ , (3.1).

## 6.2. Bepaling van ammoniumstikstof

De ammoniumstikstof wordt op analoge wijze als beschreven in 6.1 bepaald, maar zonder behandeling met urease. Indien het ammoniumgehalte zeer laag is, verdient het aanbeveling slechts 10 of 25 ml zwavelzuuroplossing,  $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ , (3.5) in de opvangkolf te pipetteren en te titreren met natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , (3.1).

Observation

*La quantité de filtrat prélevée à la pipette ne peut pas dépasser 100 ml.*

Porter la solution au moyen d'un pH-mètre (4.4.) à pH 7 en ajoutant goutte à goutte une solution d'hydroxyde de sodium (3.1.) de concentration adéquate. Ajouter 1 g de sel disodique d'E.D.T.A. (3.2.), quelques gouttes d'antimousse (3.3.), 25 ml de la solution tampon phosphate (3.10.) et environ 200 mg d'uréase (3.4.). Raccorder immédiatement le récipient A au reste de l'appareillage.

Laisser la réaction se développer durant 2 heures à température ambiante en faisant traverser le milieu par un lent courant d'air. Ajouter ensuite par le tube latéral du récipient A 40 ml de la solution saturée de carbonate de potassium (3.6.). Entraîner pendant 4 heures l'ammoniac contenu dans le liquide du récipient A au moyen d'un courant d'air puissant et le recueillir dans la solution d'acide sulfurique du flacon récepteur B.

Observation

*Régler la vitesse du courant d'air à l'aide d'un débitmètre (4.2.) à environ 3 litres/minute. L'air doit être préalablement purifié dans 2 flacons-laveurs contenant respectivement une solution d'acide sulfurique (3.5.) et une solution d'hydroxyde de sodium (3.1.).*

Au lieu d'un courant d'air puissant, on peut également utiliser une trompe à eau pour recueillir l'ammoniac dans la solution d'acide sulfurique dans le flacon B. Prendre dans ce cas une fiole à vide pour le flacon B.

Contrôler avec du papier indicateur le passage quantitatif de l'ammoniac dans la solution d'acide sulfurique. A la fin de la distillation, laver l'extrémité du tube d'arrivée d'air D et la paroi du flacon récepteur B avec un peu d'eau.

Titrer l'excès d'acide avec la solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$  (3.1.).

## 6.2. Détermination de l'azote ammoniacal

L'azote ammoniacal est déterminé selon le même procédé que celui décrit au point 6.1., mais sans traitement à l'uréase. Si la teneur en ammonium est très faible, il est à recommander de n'introduire à la pipette que 10 ou 25 ml d'acide sulfurique  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$  (3.5.) dans le ballon récepteur et de procéder à la titration avec de l'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  (3.1.).

### 6.3. Blancobepaling

Vericht een blancobepaling onder dezelfde omstandigheden, waarbij het analysemonster wordt vervangen door water.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan ureum- en ammoniumstikstof respectievelijk het gehalte aan ammoniumstikstof, in beide gevallen uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N), met de volgende formule:

$$w_n = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14 \cdot v_e}{1000 \cdot v_s \cdot m} \cdot 100 \%$$

waarin

$w_N$  het gehalte aan ureum- én ammoniumstikstof is, in % (m/m), indien werkwijze 6.1 is toegepast respectievelijk het gehalte aan ammoniumstikstof is, in % (m/m), als werkwijze 6.2 is toegepast

$v_0$  het volume natriumhydroxide-oplossing (3.1) is, gebruikt bij de titratie in de blancobepaling, in ml

$v_1$  het volume van de bij de titratie gebruikte natriumhydroxide-oplossing (3.1) is, in ml

$c$  de concentratie van de natriumhydroxide-oplossing is, in mol/liter

$v_e$  het volume van de extractieoplossing is, in ml

$v_s$  het volume van de hoeveelheid in bewerking genomen filtraat is, in ml

$m$  de massa van het analysemonster is, in g

Het gehalte aan ureumstikstof kan worden vastgesteld door berekening van het verschil tussen het gehalte aan ureum- en ammoniumstikstof en het gehalte aan ammoniumstikstof.

## 8. Controle van de methode

Voer de analyse uit met behulp van een vers bereide oplossing van ureum (3.8) en ammoniumsulfaat (3.9) die de twee stikstofvormen bevat in hoeveelheden die overeenkomen met de te verwachten hoeveelheden in het te onderzoeken aliquot van het monster.



### 6.3. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, l'échantillon à analyser étant remplacé par de l'eau.

## 7. Calcul

Calculer respectivement la teneur en azote uréique et ammoniacal et la teneur en azote ammoniacal et exprimer la teneur dans les deux cas en pourcentage en masse d'azote (% N) selon la formule suivante :

$$w_N = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14 \cdot v_a}{1000 \cdot v_a \cdot m} \cdot 100 \%$$

dans laquelle

- $w_N$  est respectivement la teneur en azote uréique et ammoniacal en % (m/m) si le procédé 6.1 est appliqué ou la teneur en azote ammoniacal en % (m/m) si le procédé 6.2 est appliqué
- $v_0$  est le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.1) utilisée pour le titrage dans la détermination à blanc
- $v_1$  est le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.1) utilisée pour le titrage
- $c$  est la concentration en mol/l de la solution d'hydroxyde de sodium
- $v_a$  est le volume en ml de la solution destinée à l'extraction
- $v_a$  est le volume en ml de la quantité de filtrat traité
- $m$  est la masse en g de l'échantillon à analyser.

La teneur en azote uréique peut être déterminée en calculant la différence entre la teneur en azote uréique et ammoniacal et la teneur en azote ammoniacal.

## 8. Contrôle de la méthode

Effectuer l'analyse avec une solution fraîchement préparée d'urée (3.8.) et de sulfate d'ammonium (3.9.) contenant les deux formes d'azote en quantités correspondant aux quantités attendues dans la partie aliquote de l'échantillon à analyser.

## 9. Opmerkingen

- 9.1. Bij monsters met een zeer laag gehalte aan ureumstikstof verdient het aanbeveling om 10 of 25 ml zwavelzuuroplossing,  $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ , (3.5) in opvangkolf B te pipetteren en met natriumhydroxide-oplossing,  $c(NaOH) = 0,1 \text{ mol/l}$  (3.1) terug te titreren.

Indien slechts weinig ureumstikstof aanwezig is naast een grote overmaat ammoniumstikstof of indien men enkel de ureumstikstof wil bepalen, verdient het aanbeveling eerst de ammoniak uit de met kaliumcarbonaatoplossing (3.6) alkalisch gemaakte oplossing te verdrijven. Breng de oplossing daarna op  $pH = 8$  en hydrolyseer vervolgens de ureum met behulp van urease.

- 9.2. Om te voorkomen dat de ureumaldehydecondensaten door hydrolyse in zuur milieu eventueel omgezet zouden worden in ureum, wordt de enzymatische hydrolyse van ureum uitgevoerd bij  $pH = 8$ .
- 9.3. Natrium-EDTA wordt toegevoegd om de storende invloed van zware metalen op de enzyme-activiteit op te heffen.
-

## 9. Observations

9.1. Pour les échantillons à très faible teneur en azote uréique, il est recommandé d'introduire à l'aide d'une pipette dans le ballon récepteur B 10 ou 25 ml de la solution d'acide sulfurique,  $c(1/2H_2SO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$  (3.5.) et d'effectuer un titrage en retour avec une solution d'hydroxyde de sodium,  $c(NaOH) = 0,1 \text{ mol/l}$  (3.1.).

Si une quantité réduite d'azote uréique est présente conjointement à un excès important d'azote ammoniacal ou si l'on souhaite déterminer uniquement l'azote uréique, il est recommandé d'éliminer d'abord l'ammoniac dans la solution alcalinisée à l'aide d'une solution de carbonate de potassium (3.6.). Porter ensuite la solution à pH 8 et hydrolyser ensuite l'urée à l'aide de l'uréase.

9.2. L'hydrolyse enzymatique s'effectue à pH 8 afin d'éviter une hydrolyse éventuelle des produits de condensation aldéhyde urée en urée dans un milieu acide.

9.3. On ajoute de l'EDTA sodique afin d'éliminer l'influence perturbatrice des métaux lourds sur l'activité enzymatique.

---

**Methode BNL-N-10 :****Kwalitatieve bepaling van ureaform (ureumformaldehyde) en isobutylideendiureum****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van de aanwezigheid van ureaform (ureumformaldehyde) en/of van isobutylideendiureum in producten die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Ureumformaldehyde en isobutylideendiureum worden door koken in fosforzuurmilieu gehydrolyseerd. Het vrijgekomen aldehyde wordt met waterdamp overgedestilleerd en als dinitrofenylhydrazon neergeslagen. Het neerslag wordt opgelost en door middel van dunnelaagchromatografie geïdentificeerd.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

- 3.1. o-Fosforzuur ( $H_3PO_4$ ), ca. 85 % ( $\rho_{20} = 1,71$  g/ml)
- 3.2. Verzadigde oplossing van 2,4-dinitrofenylhydrazine in verdund zoutzuur  
Voeg al roerend aan zoutzuur,  $c(HCl) = 1$  mol/l, zoveel 2,4-dinitrofenylhydrazine toe dat bij een volgende toevoeging geen dinitrofenylhydrazine meer oplost. Filtreer na 1 uur roeren de verzadigde oplossing.
- 3.3. Dunnelaagplaat (200 x 250 mm) met kieselgel als adsorbens met een laagdikte van 0,25 mm. Bewaar de dunnelaagplaten aan de lucht.
- 3.4. n-Hexaan ( $C_6H_{14}$ )
- 3.5. Diethylether ( $C_2H_5OC_2H_5$ ), alcoholvrij
- 3.6. Ethanol ( $C_2H_5OH$ ), 96 % (v/v)
- 3.7. Formaldehyde (HCHO), ca. 35 % ( $\rho_{20} = 1,08$  g/ml)
- 3.8. Isobutyraldehyde ( $(CH_3)_2CHCHO$ )

**Méthode BNL-N-10 :**  
**Détermination qualitative d'ureaform (formaldéhyde-urée) et de l'isobutylidènediurée**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination qualitative d'ureaform (formaldéhyde-urée) et/ou d'isobutylidènediurée dans les produits figurant dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

La formaldéhyde-urée et l'isobutylidènediurée sont hydrolysées en milieu acide phosphorique. L'aldéhyde libéré est distillé et précipité dans le distillat sous forme de dinitrophénylhydrazone. Le précipité est dissous et identifié par chromatographie sur couche mince.

**3. Réactifs et accessoires**

- 3.1. Acide ortho-phosphorique ( $H_3PO_4$ ), env. 85 % ( $\rho_{20} = 1,71$  g/ml)
- 3.2. Solution saturée de 2,4-dinitrophénylhydrazine dans de l'acide chlorhydrique dilué  
En agitant, ajouter le 2,4-dinitrophénylhydrazine à l'acide chlorhydrique,  $c(HCl) = 1$  mol/l, jusqu'à ce qu'une nouvelle adjonction ne se dissolve plus.  
Filtrer après 1 heure la solution saturée
- 3.3. Plaque pour chromatographie en couche mince (200 x 250 mm) garnie de gel de silice comme absorbant, épaisseur 0,25 mm  
Conserver les plaques à l'air
- 3.4. n-Hexane ( $C_6H_{14}$ )
- 3.5. Ether diéthylique ( $C_2H_5OC_2H_5$ ), exempt d'alcool
- 3.6. Ethanol ( $C_2H_5OH$ ), 98 % (v/v)
- 3.7. Formaldéhyde (HCHO), env. 35 % ( $\rho_{20} = 1,08$  g/ml)
- 3.8. Isobutyraldéhyde ( $(CH_3)_2CHCHO$ )

- 3.9. Formaldehydedinitrofenylhydrazonoplossing, ca. 0,5 % in ethanol  
Voeg enkele ml formaldehyde (3.7) toe aan ongeveer 50 ml  
2,4-dinitrofenylhydrazine-oplossing (3.2). Filtreer het ontstane neerslag door  
een filterkroes (4.2) en was het neerslag met water. Los het neerslag op in  
zoveel ethanol (3.6) dat een oplossing van ca. 0,5 % wordt verkregen.
- 3.10. Isobutyraldehydedinitrofenylhydrazonoplossing, ca. 0,5 % in ethanol  
Voeg enkele ml isobutyraldehyde (3.8) toe aan ongeveer 50 ml  
2,4-dinitrofenylhydrazine-oplossing (3.2). Filtreer het ontstane neerslag door  
een filterkroes (4.2) en was het neerslag met water. Los het neerslag op in  
zoveel ethanol (3.6) dat een oplossing van ca. 0,5 % wordt verkregen.

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Destillatietoestel, bestaande uit een twee-halskolf van 250 ml voorzien van  
een druppeltrechter en een koeler
- 4.2. Glasfilterkroes (poriëndiameter 10-16  $\mu\text{m}$ , porositeit 4)
- 4.3. Ontwikkelbak voor dunnelaagchromatografie
- 4.4. Micropipetten van 2  $\mu\text{l}$

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

#### 6. Werkwijze

Weeg 100 à 200 mg analysemonster af in de kolf van het destillatietoestel (4.1). Voeg  
ca. 50 ml water toe en 15 ml o-fosforzuur (3.1). Zwenk om en verhit de kolf. Vang het  
destillaat op in 50 ml 2,4-dinitrofenylhydrazine-oplossing (3.2). Zorg ervoor dat het  
uiteinde van de koeler zich onder het vloeistofoppervlak bevindt. Houd het volume in  
de destillatiekolf constant door druppelsgewijs water toe te voegen. Beëindig de  
destillatie als 200 ml is overgedestilleerd. Filtreer het ontstane neerslag door een  
filterkroes (4.2) en was met water. Los het neerslag op in zoveel ethanol (3.6) dat een  
oplossing van ca. 0,5 % ontstaat.

- 3.9. Solution de formaldéhydedinitrophénylhydrazone, env. 0,5 % dans l'éthanol  
Ajouter quelques ml de formaldéhyde (3.7.) à environ 50 ml de solution de 2,4-dinitrophénylhydrazine (3.2.). Filtrer le précipité formé sur un creuset filtrant (4.2.) et laver le précipité à l'eau. Dissoudre le précipité dans suffisamment d'éthanol (3.6.) pour obtenir une solution env. 0,5 %
- 3.10. Solution d'isobutyraldéhydedinitrophénylhydrazone, env. 0,5 % dans l'éthanol  
Ajouter quelques ml d'isobutyraldéhyde (3.8.) à environ 50 ml de solution de 2,4 dinitrophénylhydrazine (3.2.). Filtrer le précipité formé sur le creuset filtrant (4.2.) et laver le précipité à l'eau. Dissoudre le précipité dans suffisamment d'éthanol (3.6.) pour obtenir une solution env. 0,5 %

#### 4. Appareillage

- 4.1. Appareil de distillation, formé d'un ballon à deux cols de 250 ml, auquel est adapté un entonnoir à robinet et un réfrigérant
- 4.2. Creusets filtrants en verre (diamètre des pores 10-16  $\mu\text{m}$ , porosité 4)
- 4.3. Cuve pour chromatographie sur couche mince
- 4.4. Micropipettes de 2  $\mu\text{l}$ .

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir Chapitre I.

#### 6. Mode opératoire

Peser 100 à 200 mg d'échantillon à analyser et introduire la prise d'essai dans le ballon de l'appareil de distillation (4.1.). Ajouter environ 50 ml d'eau et 15 ml d'acide ortho-phosphorique (3.1.). Agiter et chauffer le ballon. Recueillir le distillat dans 50 ml de solution de 2,4-dinitrophénylhydrazine (3.2.). Veiller à ce que l'extrémité du réfrigérant plonge dans le liquide du vase où l'on recueille le distillat. Assurer un volume constant dans le ballon de distillation en ajoutant goutte à goutte de l'eau. Arrêter la distillation après avoir distillé 200 ml. Filtrer le précipité formé dans un creuset filtrant (4.2.) et laver à l'eau. Dissoudre le précipité dans suffisamment d'éthanol (3.6.) pour obtenir une solution environ 0,5 %.

Breng 2 µl van deze oplossing, 2 µl formaldehydedinitrofenylhydrazonoplossing (3.9) en 2 µl isobutyraldehydedinitrofenylhydrazonoplossing (3.10) op de dunnelaagplaat (3.3). Ontwikkel de plaat met een mengsel van n-hexaan/diethylether 80:20 in de ontwikkelbak (4.3). Vergelijk na ongeveer 30 minuten de Rf-waarde van het analysemonster met die van de aldehydederivaten, te weten ca. 0,32 voor het formaldehyde-derivaat en ca. 0,56 voor het isobutyraldehyde-derivaat.

**Opmerking**

*Het is niet nodig de bak vooraf met het elutiemiddel te verzadigen. De vlekken zijn zonder behandeling met een kleurreagens zichtbaar.*

**7. Opmerking**

Crotonylideendiureum wordt onder bovengenoemde condities niet gehydrolyseerd, en kan dus niet via het overeenkomstige aldehyde aangetoond worden.

---



Déposer 2  $\mu$ l de cette solution, 2  $\mu$ l de la solution de formaldéhydedinitrophénylhydrazone (3.9.) et 2  $\mu$ l de solution d'isobutyraldéhydedinitrophényldrazone (3.10.) sur une plaque pour chromatographie sur couche mince (3.3.). Développer la plaque avec un mélange de n-hexane/éther 80 : 20 dans la cuve pour chromatographie sur couche mince (4.3.). Après environ 30 minutes, comparer la valeur du Rf de l'échantillon à analyser à celle des dérivés d'aldéhyde, à savoir env. 0,32 pour le dérivé de formaldéhyde et env. 0,56 pour le dérivé d'isobutyraldéhyde.

Remarque

*Il n'est pas nécessaire de saturer au préalable la cuve avec un éluant. Les taches sont visibles sans traitement à l'aide d'un réactif coloré.*

**7. Observation**

La crotonylidènediurée n'est pas hydrolysée dans les conditions indiquées et ne peut donc pas être déterminée par son aldéhyde correspondant.

---

**Methode BNL-N-11 :**  
**Kwalitatieve bepaling van crotonylideendiureum**

**1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van de aanwezigheid van crotonylideendiureum in producten die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Crotonylideendiureum geeft bij koken met p-dimethylaminobenzaldehyde in zoutzuurmilieu een karakteristieke bruin-rose kleur.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

**3.1. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$**

Verdun 80 ml zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ), met water tot 1 liter

**3.2. p-Dimethylaminobenzaldehyde-oplossing**

Los 1,6 g p-dimethylaminobenzaldehyde (p-DMAB) op in 100 ml ethanol 96 % (v/v) en voeg hieraan 10 ml zoutzuur toe,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ )

**3.3. Verzadigde oplossing van broom in water (broomwater)**

Voeg 100 ml water toe aan 5 g broom (*GIFTIG!!*) en schud krachtig. Hef regelmatig en voorzichtig de overdruk op

**4. Bereiding van het analysemonster**

Zie Hoofdstuk I.

**Méthode BN-N-11 :****Détermination qualitative de la crotonylidènediurée****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination qualitative de crotonylidènediurée dans les produits repris dans l'annexe 1- de la Réglementation.

**2. Principe**

En faisant bouillir la crotonylidènediurée avec le p-diméthylaminobenzaldéhyde en milieu chlorhydrique, une couleur brune-rosâtre caractéristique apparaît.

**3. Réactifs et accessoires****3.1. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$** 

Diluer 80 ml d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ), en ajoutant de l'eau jusqu'à 1 litre.

**3.2. Solution de p-diméthylaminobenzaldéhyde**

Dissoudre 1,6 g de p-diméthylaminobenzaldéhyde (p-DMAB) dans 100 ml d'éthanol 96 % (v/v) et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ).

**3.3. Solution saturée de brome dans l'eau (eau de brome)**

Ajouter 100 ml d'eau à 5 g de brome (*TOXIQUE !!*) et agiter énergiquement. Éliminer régulièrement et prudemment la surpression.

**4. Préparation de l'échantillon à analyser**

Voir Chapitre I.

**5. Werkwijze**

Los ca. 100 mg analysemonster op in ca. 5 ml zoutzuuroplossing (3.1). Verwarm hierbij zonodig. Voeg, indien een gekleurde oplossing ontstaat, enkele druppels broomwater (3.3) toe en kook de vloeistof. Herhaal dit totdat de kleur verdwenen is. Voeg dan ca. 5 ml p-DMAB-oplossing (3.2) toe en breng aan de kook. Bij aanwezigheid van crotonyldeendiureum ontstaat na enkele minuten een bruin-rose kleur.

**6. Opmerking**

De aanwezigheid van ureum stoort de bepaling niet aangezien ureum reeds bij kamertemperatuur met p-dimethylaminobenzaldehyde een weinig intensieve gele kleur geeft.

---

**5. Mode opératoire**

Dissoudre environ 100 mg de l'échantillon à analyser dans environ 5 ml d'acide chlorhydrique (3.1.). Chauffer si nécessaire. Si une couleur apparaît, ajouter quelques gouttes d'eau de brome (3.3.) et faire bouillir le liquide. Répéter cette opération jusqu'à la disparition de la couleur.

Ajouter alors environ 5 ml de solution p-DMAB (3.2.) et faire bouillir. En présence de crotonylidènediurée, une couleur brune-rosâtre apparaît après quelques minutes.

**6. Observation**

La présence d'urée ne trouble pas la détermination, puisque l'urée réagit déjà à température ambiante avec le p-diméthylaminobenzaldéhyde pour donner une couleur jaune peu intense.

---

**Methode BNL-N-12 :****Bepaling van de activiteitsindex en van stikstof onoplosbaar in koud water****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van de activiteitsindex en van het gehalte aan stikstof, onoplosbaar in koud water, in ureaform en producten die ureaform bevatten en die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Het monster wordt successievelijk geëxtraheerd met water van 20° C en met een fosfaatbufferoplossing van 100° C. In beide gevallen wordt in het residu het stikstofgehalte bepaald volgens BNL-N-1. De activiteitsindex wordt uit deze twee gegevens berekend.

**3. Reagentia en hulpmiddelen****3.1. Fosfaatbufferoplossing (pH = 7,5)**

Los 14,3 g kaliumdihydrogeenfosfaat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) en 91,0 g kaliummonohydrogeenfosfaat ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ) op in water en vul met water aan tot 1 liter. Meng en verdun 100 ml van deze oplossing met water tot 1 liter

**3.2. Ethanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), 96 % (v/v)****3.3. Calciumcarbonaat ( $\text{CaCO}_3$ )****3.4. Filtreerhulp, bv. Celite of een ander gelijkwaardig product****4. Apparatuur****4.1. Kokend waterbad****4.2. Konische steeltrechter met lange steel en 6 cm buitendiameter****4.3. Filtreerpapier, bv. Whatman n° 2 of gelijkwaardig, doorsnede 11 cm****4.4. Vouwfilter van 15 cm : Whatman n° 2 of een ander gelijkwaardig filter**

**Méthode BNL-N-12:****Détermination de l'indice d'activité et de la teneur en azote insoluble dans l'eau froide****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de l'indice d'activité et de la teneur en azote insoluble dans l'eau froide, de l'ureaform et des produits qui contiennent de l'ureaform et sont repris dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

Extraire l'échantillon d'une part avec de l'eau à 20° C et d'autre part avec une solution tampon phosphate à 100° C. Déterminer dans les deux cas la teneur en azote du résidu selon la méthode BNL-N-1. L'indice d'activité se calcule à partir de ces deux données.

**3. Réactifs et accessoires****3.1. Solution tampon phosphate (pH = 7,5)**

Dissoudre dans l'eau 14,3 g de dihydrogénophosphate de potassium ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) et 91,0 g de hydrogénophosphate de potassium ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ) et porter à 1 litre avec de l'eau. Homogénéiser et diluer 100 ml de cette solution à 1 litre.

**3.2. Ethanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), 96 % (v/v)****3.3. Carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ )****3.4. Auxiliaire de filtration analytique, p.ex. Célite ou produit équivalent.****4. Appareillage****4.1. Bain d'eau bouillante****4.2. Entonnoir conique à tige longue, de 6 cm de diamètre extérieur****4.3. Papier filtre, p.ex. Whatman n° 2 ou équivalent, diamètre 11 cm****4.4. Papier filtre plissé de 15 cm : Whatman n° 2 ou filtre équivalent**

## 5. Bereiding van het analysemonster

Maak een representatief deel van het eindmonster in een mortier zodanig fijn dat het monster een zeef met maaswijdte van 850 µm kan passeren. Zorg er bij dit fijnmaken voor dat het monster niet fijner wordt dan noodzakelijk is en geen warmteontwikkeling in het monster optreedt.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Bepaling van stikstof onoplosbaar in koud water

Weeg 1 g analysemonster, tot op 1 mg nauwkeurig, af in een bekeerglas van 50 ml, bevochtig met ethanol (3.2) en voeg 20 ml water toe. Laat gedurende 15 minuten staan bij een temperatuur van  $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  en roer om de 5 minuten. Decanteer over een filtreerpapier (4.3) in een lange steeltrechter (4.2). Was het residu 5 maal door te decanteren met 20 ml water van  $20^{\circ}\text{C}$ . Breng tenslotte alle residu op het filter en was zolang totdat 250 ml filtraat is verzameld. Bepaal het stikstofgehalte in het residu volgens methode BNL-N-1.

### 6.2. Bepaling van stikstof onoplosbaar in warm water

Weeg, tot op 1 mg nauwkeurig, een hoeveelheid analysemonster af die 0,12 g stikstof onoplosbaar in koud water bevat en breng dit in een bekeerglas van 200 ml. Voeg aan samengestelde meststoffen die ureumformaldehyde bevatten, ca. 0,5 g calciumcarbonaat (3.3) toe.

Voeg met een maatcilinder 100 ml kokende fosfaatbufferoplossing (3.1) toe, roer, dek af en zet het bekeerglas onmiddellijk in een kokend waterbad (4.1), zodanig dat de vloeistof in het bekeerglas lager is dan het waterniveau van het bad. Houd het bad op  $98^{\circ}\text{C}$  tot  $100^{\circ}\text{C}$  en roer iedere 10 minuten. Haal na exact 30 minuten het bekeerglas uit het bad en filtreer onmiddellijk door een vouwfilter (4.4). Stop de bepaling als de filtratie langer duurt dan 4 minuten. Herhaal dan de bepaling en voeg onder roeren 1 g filtreerhulp (3.4) toe, juist voordat het bekeerglas uit het waterbad gehaald wordt. Filtreer onmiddellijk. Breng het residu met kokend water kwantitatief over op het filter en was met kokend water totdat de totale hoeveelheid water 100 ml is. Zorg dat het wassen beëindigd is voordat het filtraat troebel wordt of de temperatuur van het filtraat beneden  $60^{\circ}\text{C}$  daalt.

Bepaal het gehalte aan stikstof in het residu volgens methode BNL-N-1.



## 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Broyer une partie représentative de l'échantillon final dans un mortier de telle façon que l'échantillon passe à travers un tamis de 850 µm. Veiller à ce que l'échantillon ne soit pas plus finement broyé que nécessaire et qu'il ne se produise pas d'échauffement dans l'échantillon.

## 6. Mode opératoire

### 6.1. Détermination de l'azote insoluble dans l'eau froide

Introduire 1 g d'échantillon à analyser, pesé à 1 mg près, dans un bécher de 50 ml, mouiller avec de l'éthanol (3.2.), ajouter 20 ml d'eau. Laisser macérer 15 minutes à  $20^{\circ} \pm 2^{\circ}$  C en agitant toutes les 5 minutes. Décantier sur un papier filtre (4.3.), placé dans un entonnoir conique à tige longue (4.2.). Laver le résidu 5 fois par décantation avec 20 ml d'eau à  $20^{\circ}$  C. Amener enfin tout le résidu sur le filtre et laver jusqu'à obtention de 250 ml de filtrat. Déterminer l'azote dans le résidu selon la méthode BNL-N-1.

### 6.2. Détermination de l'azote insoluble dans l'eau chaude

Peser à 1 mg près une quantité d'échantillon à analyser qui contient 0,12 g d'azote insoluble dans l'eau froide, et l'introduire dans un bécher de 200 ml. S'il s'agit d'engrais composés qui contiennent de l'uréeaform, ajouter environ 0,5 g de carbonate de calcium (3.3.).

A l'aide d'un cylindre gradué, ajouter 100 ml de solution tampon phosphate (3.1.) bouillante, agiter, couvrir le bécher et le placer immédiatement dans un bain d'eau bouillante (4.1.) de telle manière que le niveau du liquide soit plus bas que le niveau de l'eau du bain. Maintenir la température à  $98^{\circ}$  C -  $100^{\circ}$  C, et remuer toutes les 10 minutes. Après exactement 30 minutes retirer le bécher du bain d'eau et filtrer immédiatement dans un filtre plissé (4.4.).

Arrêter la détermination si la filtration n'est pas terminée après 4 minutes. Recommencer alors la détermination et ajouter tout en remuant 1 g d'auxiliaire de filtration (3.4.) juste avant de retirer le bécher du bain d'eau. Filtrer immédiatement. Amener le résidu quantitativement sur le filtre avec de l'eau bouillante, et laver en utilisant au total 100 ml d'eau bouillante. Veiller à ce que le lavage soit terminé avant que le filtrat ne devienne trouble ou que la température ne descende sous  $60^{\circ}$  C.

Déterminer l'azote dans le résidu selon la méthode BNL-N-1.

Opmerking

Gebruik bij de destructie volgens methode BNL-N-1 35 ml zwavelzuur wanneer calciumcarbonaat is toegevoegd.

**6.3. Blancobepaling**

Verricht volgens elk van bovenbeschreven werkwijzen een blancobepaling waarbij het analysemonster wordt vervangen door water.

**7. Berekening**

Bereken de activiteitsindex met de volgende formule:

$$AI = \frac{(\% \text{ stikstof onopl. in koud water} - \% \text{ stikstof onopl. in warm water})}{\% \text{ stikstof onopl. in koud water}} \cdot 100 \%$$

waarin

AI de activiteitsindex is

Bereken het gehalte aan stikstof onoplosbaar in koud water met de formule zoals beschreven in punt 7 van methode BNL-N-1.

---

Observation

En cas d'adjonction de carbonate de calcium, utiliser 35 ml d'acide sulfurique concentré pour la kjeldahlisation suivant la méthode BNL-N-1.

## 6.3. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc suivant les techniques décrites ci-avant en remplaçant l'échantillon à analyser par de l'eau.

## 7. Calcul

Calculer l'indice d'activité en se servant de la formule ci-après :

$$IA = \frac{(\% \text{ azote insol. dans l'eau froide} - \% \text{ azote insoluble dans l'eau chaude})}{\% \text{ azote insoluble dans l'eau froide}} \cdot 100 \%$$

où

IA est l'indice d'activité

Calculer l'azote insoluble dans l'eau froide à l'aide de la formule décrite au point 7 de la méthode BNL-N-1.

---

**Methode BNL-N-13 :**  
**Bepaling van isobutylideendiureumstikstof (I.B.D.U.)**

**1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van stikstof afkomstig van isobutylideendiureum (I.B.D.U.) in producten die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering en die behalve I.B.D.U. geen andere ureumaldehydecondensaten bevatten.

**2. Principe**

Isobutylideendiureum wordt door hydrolyse in zwavelzuurmilieu omgezet in ureum en isobutyraldehyde. De aldus vrijgemaakte ureum wordt samen met de oorspronkelijk aanwezige vrije ureum met behulp van urease gehydrolyseerd en als ammoniumstikstof bepaald. Het gehalte aan I.B.D.U.-stikstof wordt vastgesteld door berekening van het verschil tussen de gehalten aan ureumstikstof totaal en de vrije ureumstikstof.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

- 3.1. Zwavelzuuroplossing, gestelde oplossing,  $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$  of  $c(H_2SO_4) = 0,5 \text{ mol/l}$
- 3.2. Zwavelzuuroplossing,  $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 18 \text{ mol/liter}$   
Voeg voorzichtig 500 ml zwavelzuur ( $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$ ) toe aan 500 ml water, meng en koel af.
- 3.3. Natriumhydroxide-oplossing (vrij van carbonaten), gestelde oplossing,  $c(NaOH) = 0,1 \text{ mol/l}$  of  $0,25 \text{ mol/l}$
- 3.4. Urease, gelyofiliseerd, met een specifieke activiteit van 5 U/mg  
Controleer de activiteit met behulp van een ureum-oplossing.
- 3.5. Fosfaatbufferoplossing,  $pH=7,2$   
Los 16 g monokaliumdihydrogeentfosfaat ( $KH_2PO_4$ ) en 3 g natriumhydroxide (NaOH) op in water en vul aan met water tot 1 liter. Breng de pH op 7,2 met natriumhydroxide-oplossing (3.3) of zwavelzuuroplossing (3.1).

**Méthode BNL- N-13 :****Détermination de la teneur en azote d'isobutylidènediurée (I.B.D.U.)****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en azote provenant de l'isobutylidènediurée dans les produits figurant dans l'annexe I de la Réglementation et qui ne contiennent pas d'autres produits de condensation de l'aldéhyde-urée que l'I.B.D.U..

**2. Principe**

L'isobutylidènediurée est hydrolysée en milieu d'acide sulfurique avec formation d'urée et d'isobutyraldéhyde. L'urée ainsi formée est hydrolysée en même temps que l'urée libre initialement présente à l'aide d'uréase et déterminée en tant qu'azote ammoniacal. La teneur en azote I.B.D.U. est déterminée en calculant la différence entre les teneurs en azote uréique total et en azote uréique libre.

**3. Réactifs et accessoires**

3.1. Solution titrée d'acide sulfurique,  $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0,1 \text{ mol/l}$  ou  $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0,05 \text{ mol/l}$

3.2. Solution d'acide sulfurique,  $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 18 \text{ mol/l}$

Ajouter prudemment 500 ml d'acide sulfurique ( $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$ ) à 500 ml d'eau, mélanger et refroidir.

3.3. Solution titrée d'hydroxyde de sodium (exempte de carbonates),  $c(NaOH) = 0,1 \text{ mol/l}$  ou  $0,25 \text{ mol/l}$

3.4. Uréase lyophilisée avec une activité spécifique de 5 U/mg

Contrôler l'activité à l'aide d'une solution d'urée.

3.5. Solution tampon phosphate, pH = 7,2

Dissoudre dans l'eau 16 g de monodihydrogénophosphate de potasse ( $KH_2PO_4$ ) et 3 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) et porter à 1 litre avec de l'eau. Ajuster le pH à 7,2 par addition d'une solution d'hydroxyde de sodium (3.3) ou d'acide sulfurique (3.1).

3.6. Magnesiumoxyde (MgO), vers gegloeid bij 400°C -450°C

3.7. Fenolftaleïne-indicator

Los 10 g fenolftaleïne op in 1 liter ethanol 96 % (v/v).

3.8. Antischuimmiddel op basis van siliconen

3.9. Indicatoroplossing

3.9.1. Mengindicatoroplossing

Los 1 g methylrood op in 37 ml natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/liter}$ , (3.3) en vul met water aan tot 1 liter en meng. Los 1 g methyleen-blauw op in 1 liter water. Meng één volumedeel methylrood-oplossing met twee volumedelen methyleenblauw-oplossing. Deze indicator is violet in zuur milieu, grijs bij pH 5,4 en groen in alkalisch milieu.

3.9.2. Methylroodoplossing

Los 0,1 g methylrood op in 50 ml ethanol van 96 % (v/v), vul aan met water tot 100 ml, meng en filtreer.

3.10. Calciumchloride-oplossing ( $\text{CaCl}_2$ ), 2,5 % (m/v)

Los 25 g calciumchloride op in 1 liter water.

#### 4. Apparatuur

4.1. Roteertoestel met 35 à 40 omwentelingen per minuut

4.2. pH-meter

4.3. Vouwfilter, bv. Whatman n° 2 of een ander gelijkwaardig filter, doorsnede 15 cm

4.4. Destillatietoestel als beschreven bij methode 2.1. van richtlijn 77/535/EEG van 22 juni 1977, P.B. Nr. L 213 van 22.8.1977.

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

3.6. Oxyde de magnésium (MgO), fraîchement calciné à 400° C - 450° C

3.7. Indicateur, solution de phénolphtaléine  
Dissoudre 10 g de phénolphtaléine dans 1 l d'éthanol 95 % (v/v).

3.8. Solution antimousse à base de silicones

3.9. Solutions d'indicateurs

3.9.1. Indicateur mixte

Dissoudre 1 g de rouge de méthyle dans 37 ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,1,  $c(\text{NaOH}) = 0,1$  mol/litre, (3.3), porter à 1 litre avec de l'eau et mélanger. Dissoudre 1 g de bleu de méthylène dans 1 litre d'eau. Mélanger 1 volume de solution de rouge de méthyle à 2 volumes de solution de bleu de méthylène. Cet indicateur est violet en milieu acide, gris à un pH de 5,4 et vert en milieu alcalin.

3.9.2. Solution de rouge de méthyle

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol 96 % (v/v), compléter à 100 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer.

3.10. Solution de chlorure de calcium ( $\text{CaCl}_2$ ), 2,5 % (m/v)

Dissoudre 25 g de chlorure de calcium dans 1 litre d'eau.

#### 4. Appareillage

4.1. Agitateur rotatif réglable à 35 à 40 tours par minute

4.2. pH-mètre

4.3. Papier filtre de 15 cm plissé, p.ex Whatman n° 2, ou filtre équivalent

4.4. Appareil de distillation comme décrit pour la méthode 2.1. de la directive 77/535/CEE du 22 juin 1977, JO N° L 213 du 22.8.1977

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir Chapitre I.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Bepaling van ureumstikstof totaal, inclusief eventueel aanwezige ammoniumstikstof

Weeg 1 g analysemonster, tot op 1 mg nauwkeurig, af in een maatkolf van 250 ml. Voeg 200 ml water toe, 10 ml zwavelzuuroplossing (3.2) en een druppel antischuimmiddel (3.8). Laat 1 uur roteren (4.1). Vul met water aan tot 250 ml, meng en filtreer door een vouwfilter (4.3).

Pipetteer een hoeveelheid van het filtraat, die niet meer dan 50 mg ureum- en ammoniumstikstof bevat, in een bekeerglas van 250 ml. Neutraliseer met natriumhydroxide-oplossing (3.3) en met behulp van een pH-meter (4.2) tot pH=7,2. Breng de vloeistof kwantitatief over in een Kjeldahlkolf en voeg water toe tot ongeveer 300 ml.

Pipetteer 25 ml zwavelzuur (3.1) in de opvangerlenmeyer van het destillatietoestel, voeg 0,4 ml mengindicatoroplossing of 5 druppels methyloordoplossing (3.9) toe en sluit de ertenmeyer aan op de koeler.

Voeg aan de Kjeldahlkolf 25 ml fosfaatbufferoplossing (3.5) toe, enkele puimsteentjes, 2 druppels antischuimmiddel (3.8), 3 druppels fenolftaleïne (3.7) en 0,3 g urease (3.4). Verbind de kolf onmiddellijk met het destillatietoestel (4.5) en meng goed. Laat de urease gedurende 2 uur bij kamertemperatuur reageren en schud af en toe. Voeg dan 1 ml calciumchloride-oplossing (3.10) toe en genoeg magnesiumoxyde (3.6) om de oplossing alkalisch te maken (fenolftaleïne kleurt deze rood).

Verhit de kolf tot ca. 150 ml is overgedestilleerd en verzamel het destillaat in de opvangerlenmeyer met zwavelzuuroplossing. Titreer de overmaat zwavelzuur met natriumhydroxide-oplossing (3.3).

### 6.2. Bepaling van de vrije ureumstikstof, inclusief eventueel aanwezige ammoniumstikstof

Bepaal het gehalte aan vrije ureumstikstof volgens methode BNL-N-9.



## 6. Mode opératoire

### 6.1. Dosage de l'azote uréique total, y compris l'azote ammoniacal éventuellement présent

Peser à 1 mg près, 1 g d'échantillon à analyser dans une fiole jaugée de 250 ml. Ajouter 200 ml d'eau, 10 ml de solution d'acide sulfurique (3.2) et une goutte de solution antimousse (3.8). Agiter à l'agitateur rotatif (4.1) durant 1 heure. Porter à 250 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer sur un filtre plissé (4.3).

Introduire à la pipette une partie aliquote du filtrat, ne contenant pas plus de 50 mg d'azote uréique, dans un bécher de 250 ml. Amener la solution à pH 7,2 au moyen d'un pH-mètre (4.2.) avec une solution d'hydroxyde de sodium (3.3.). Transférer quantitativement dans un ballon Kjeldahl et ajouter de l'eau jusqu'à 300 ml environ.

Introduire à la pipette 25 ml d'acide sulfurique (3.1.) dans l'erenmeyer récepteur de l'appareil de distillation, ajouter 0,4 ml de la solution d'indicateur mixte ou 5 gouttes de solution de rouge de méthyle (3.9.) et raccorder l'erenmeyer au réfrigérant.

Ajouter au ballon Kjeldahl 25 ml de la solution tampon phosphate (3.5.), quelques fragments de pierre ponce, 2 gouttes de la solution antimousse (3.8.), 3 gouttes de phénolphtaléine (3.7.) et 0,3 g d'uréase (3.4.). Raccorder immédiatement le ballon à l'appareil de distillation (4.5.) et bien remuer. Laisser agir l'uréase durant deux heures à la température ambiante et agiter de temps en temps. Ensuite introduire 1 ml de solution de chlorure de calcium (3.10.) et suffisamment d'oxyde de magnésium (3.6.) pour que le milieu devienne alcalin (la phénolphtaléine colore la solution en rouge).

Chauffer progressivement le ballon jusqu'à la distillation d'environ 150 ml et recueillir le distillat dans l'erenmeyer récepteur contenant la solution d'acide sulfurique. Titrer l'excès d'acide sulfurique avec la solution d'hydroxyde de sodium (3.3.)

### 6.2. Dosage de l'azote uréique libre, y compris l'azote ammoniacal éventuellement présent

Doser la teneur en azote uréique libre suivant la méthode BNL-N-9.

### 6.3. Blancobepaling

Verricht volgens elk van bovenbeschreven werkwijzen een blancobepaling onder dezelfde omstandigheden waarbij het analysemonster wordt vervangen door water.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan ureumstikstof totaal, inclusief eventueel aanwezige ammoniumstikstof, uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N) met de volgende formule:

$$w_N^1 = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14 \cdot v_e}{1000 \cdot m \cdot v_a} \cdot 100 \%$$

waarin

$w_N^1$  het gehalte aan ureumstikstof totaal is, inclusief eventueel aanwezige ammoniumstikstof, in % (m/m)

$v_0$  het volume natriumhydroxide-oplossing (3.3) is, gebruikt bij de titratie in de blancobepaling, in ml

$v_1$  het volume van de bij de titratie gebruikte natriumhydroxide-oplossing (3.3) is, in ml

$c$  de concentratie van de natriumhydroxide-oplossing is, in mol/liter

$v_a$  het volume van de extractieoplossing is, in ml

$v_e$  het volume van de hoeveelheid in bewerking genomen filtraat is, in ml

$m$  de massa van het analysemonster is, in g

Bereken het gehalte aan vrije ureumstikstof, inclusief eventueel aanwezige ammoniumstikstof, ( $w_N^0$ ) volgens hoofdstuk 7 van methode BNL-N-9.

Bereken het gehalte aan isobutylideendiureumstikstof ( $w_N$ ) uitgedrukt in massaprocenten stikstof (% N) met de formule:

$$w_N = w_N^1 - w_N^0$$

### 6.3. Essai à blanc

Faire un essai à blanc suivant les techniques analytiques décrites ci-avant, dans les mêmes conditions, mais en remplaçant l'échantillon à analyser par de l'eau.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en azote uréique total, y compris l'azote ammoniacal éventuellement présent, exprimée en pour-cent de masse d'azote (%N) suivant la formule suivante :

$$w_N^1 = \frac{(v_0 - v_1) \cdot c \cdot 14 \cdot v_e}{1000 \cdot m \cdot v_s} \cdot 100 \%$$

où :

- $w_N^1$  la teneur en azote uréique total, y compris l'azote ammoniacal éventuellement présent, en % (m/m)
- $v_0$  le volume de solution d'hydroxide de sodium (3.3.), utilisé pour la titration dans l'essai à blanc
- $v_1$  le volume de la solution d'hydroxide de sodium (3.3.), utilisé pour la titration, en ml
- $c$  la concentration de solution d'hydroxide de sodium, en mol/l
- $v_e$  le volume de la solution d'extraction, en ml
- $v_s$  le volume de l'aliquote de filtrat prélevé, en ml
- $m$  la masse de l'échantillon à analyser, en g

Calculer la teneur en azote uréique libre, y compris l'azote ammoniacal éventuellement présent, ( $w_N^0$ ) suivant le point 7 de la méthode BNL-N-9.

Calculer la teneur en azote de l'isobutylidenediurée ( $w_N$ ) exprimée en pour-cent de masse d'azote (% N) suivant la formule :

$$w_N = w_N^1 - w_N^0$$


---

**Methode BNL-N-14 :****Bepaling van stikstof die vrijkomt na respectievelijk 1 en 10 dagen****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan stikstof die vrijkomt na 1 dag en na 10 dagen staan in water. Deze methode is toepasbaar voor met zwavel omhulde ureum.

**2. Principe**

Het monster wordt in water gebracht en het mengsel regelmatig geroerd. Na respectievelijk 1 dag en 10 dagen wordt in de oplossing het gehalte aan stikstof bepaald.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

Zie methode 2.3.3. van Richtlijn 77/535/EEG (Pb. nr. L 213 van 22 augustus 1977).

**4. Apparatuur**

Zie methode 2.3.3. van Richtlijn 77/535/EEG (Pb. nr. L 213 van 22 augustus 1977).

**5. Bereiding van het analysemonster**

Zie Hoofdstuk I, punt 4.1. (Eindmonsters die niet mogen worden fijngemaakt).

**6. Werkwijze**

Weeg 10 g analysemonster, op 10 mg nauwkeurig, af in een bekersglas van ten minste 2 liter. Voeg 2 liter water toe. Roer gedurende 30 seconden met een glazen roerstaaf en dek af met een horlogeglas. Roer na 24 uur weer 30 seconden en pipetteer 100 ml van de heldere oplossing in een Kjeldahlkolf. Bepaal hierin de hoeveelheid stikstof volgens methode EEG 2.3.3.

Roer 24 uur na het pipetteren weer 30 seconden in het bekersglas. Herhaal dit iedere dag tot en met de tiende dag, gerekend vanaf de dag dat het monster in bewerking werd genomen. Pipetteer na het roeren op de tiende dag weer 100 ml van de heldere oplossing in een Kjeldahlkolf en bepaal hierin de hoeveelheid stikstof volgens methode EEG 2.3.3.

**Méthode BNL-N-14:****Détermination de la teneur en azote libérée après un jour et après dix jours, respectivement****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en azote qui se libère après 1 jour et après 10 jours de macération dans l'eau. Cette méthode s'applique à l'urée enrobée de soufre.

**2. Principe**

Placer l'échantillon dans l'eau et agiter régulièrement le mélange. Déterminer l'azote en solution après 1 jour et après 10 jours, respectivement.

**3. Réactifs et accessoires**

Voir la méthode 2.3.3. de la Directive 77/535/CEE (JO n° L 213 du 22 août 1977).

**4. Appareillage**

Voir la méthode 2.3.3. de la Directive 77/535/CEE (JO n° L 213 du 22 août 1977).

**5. Préparation de l'échantillon à analyser**

Voir Chapitre I, point 4.1. (Echantillons finals ne pouvant pas être broyés)

**6. Mode opératoire**

Peser à 10 mg près 10 g d'échantillon à analyser dans un bécher d'une capacité de 2 litres au moins. Ajouter 2 litres d'eau. Agiter pendant 30 secondes avec une baguette de verre et couvrir avec un verre de montre. Après 24 heures agiter à nouveau pendant 30 secondes et introduire à la pipette 100 ml de solution sumageante dans un ballon Kjeldahl.

Déterminer la teneur en azote selon la méthode CEE 2.3.3.

24 heures après le prélèvement de 100 ml, agiter à nouveau 30 secondes. Répéter cette opération chaque jour jusqu'au dixième jour, compté à partir du jour de la mise en solution de l'échantillon. Après l'agitation du dixième jour, introduire de nouveau à la pipette 100 ml de solution sumageante dans un ballon Kjeldahl et déterminer la teneur en azote selon la méthode CEE 2.3.3.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan stikstof dat na 1 dag staan in water is opgelost in massaprocenten stikstof (% N) met de volgende formule:

$$w_{\text{N}}^1 = \frac{m^1 \cdot v_e}{v_a^1 \cdot m_{\text{anal}}} \cdot 100 \%$$

waarin

- $w_{\text{N}}^1$  het gehalte aan stikstof is na 1 dag staan in water, in %
- $m^1$  de hoeveelheid stikstof is, in g, aanwezig in het aliquot uit de heldere oplossing na 1 dag staan in water
- $v_e$  het volume van de extractie-oplossing is, in ml
- $v_a^1$  het volume van het gepipetteerde aliquot is, in ml, na 1 dag staan in water
- $m_{\text{anal}}$  de massa van het analysemonster is, in g

Bereken het gehalte aan stikstof dat na 10 dagen staan in water is opgelost in massaprocenten stikstof (% N) met de volgende formule:

$$w_{\text{N}}^{10} = \left\{ \frac{m^{10} \cdot (v_e - v_a^1) + m^1 \cdot v_a^1}{v_a^{10} \cdot m_{\text{anal}}} \right\} \cdot 100 \%$$

waarin:

- $w_{\text{N}}^{10}$  het gehalte aan stikstof is na 10 dagen staan in water, in % (m/m)
  - $m^{10}$  de hoeveelheid stikstof is, in g, aanwezig in het aliquot van de heldere oplossing na 10 dagen staan in water
  - $v_a^1$  het volume van het gepipetteerde aliquot is, in ml, na 1 dag staan in water
  - $v_e$  het volume van de oorspronkelijke extractie-oplossing is, in ml
  - $m^1$  de hoeveelheid stikstof is, in g, aanwezig in het aliquot uit de heldere oplossing na 1 dag staan in water
  - $v_a^{10}$  het volume van het gepipetteerde aliquot is, in ml, na 10 dagen staan in water
  - $m_{\text{anal}}$  de massa van het analysemonster is, in g
-

## 7. Calcul

Calculer la teneur en azote mis en solution après 1 jour de macération dans l'eau en pour-cent de masse (% N), suivant la formule ci-après:

$$w^1_N = \frac{m^1 \cdot v_e}{v^1_a \cdot m_{ech}} \cdot 100 \%$$

où:

$w^1_N$  la teneur en azote mis en solution après 1 jour de macération dans l'eau, en %

$m^1$  la masse exprimée en g d'azote présent dans la partie aliquote de la solution surageante après 1 jour de macération dans l'eau

$v_e$  le volume de la solution d'extraction, en ml

$v^1_a$  le volume de la partie aliquote introduite à la pipette, en ml, après 1 jour de macération dans l'eau

$m_{ech}$  masse de l'échantillon à analyser, en g

Calculer la teneur en azote mis en solution après 10 jours de macération dans l'eau en pour cent de masse (% N), suivant la formule ci-après:

$$w^{10}_N = \left\{ \frac{m^{10} \cdot (v_e - v^1_a) + m^1 \cdot v^{10}_a}{v^{10}_a \cdot m_{ech}} \right\} \cdot 100 \%$$

où :

$w^{10}_N$  la teneur d'azote après 10 jours de macération dans l'eau, en % (m/m)

$m^{10}$  la masse exprimée en g d'azote présent dans la partie aliquote de la solution surageante après 10 jours de macération dans l'eau

$v^1_a$  le volume de la partie aliquote introduite à la pipette, en ml, après 1 jour de macération dans l'eau

$v_e$  le volume de la solution d'extraction initiale, en ml

$m^1$  la masse exprimée en g d'azote présent dans la partie aliquote de la solution surageante après 1 jour de macération dans l'eau

$v^{10}_a$  le volume de la partie aliquote introduite à la pipette, en ml, après 10 jours de macération dans l'eau

$m_{ech}$  la masse de l'échantillon à analyser, en g

**Methode BNL-P-1:****Bepaling van fosfor, oplosbaar in mineraal zuur bij aanwezigheid van organische stof****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan fosfor, oplosbaar in mineraal zuur bij aanwezigheid van organische stof in alle producten die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Het monster wordt ontsloten door middel van zwavelzuur en salpeterzuur in aanwezigheid van kopersulfaat. Het fosfor wordt vervolgens in zuur milieu als chinolinefosfomolybdaat geprecipiteerd. Na filtreren en uitwassen wordt het neerslag gedroogd bij 250°C en gewogen.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

- 3.1. Zwavelzuur,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ mol/l}$  ;  $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$
- 3.2. Salpeterzuur,  $c(\text{HNO}_3) = 14 \text{ mol/l}$  ;  $\rho_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$
- 3.3. Kopersulfaat pentahydraat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )
- 3.4. Natriummolybdaat dihydraat ( $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
- 3.5. Ammoniumheptamolybdaat tetrahydraat ( $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )
- 3.6. Chinoline ( $\text{C}_9\text{H}_7\text{N}$ ), vers gedistilleerd (*GIFTIG !*)
- 3.7. Citroenzuur monohydraat ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )



**Méthode BNL-P-1 :**  
**Détermination de la teneur en phosphore soluble dans les acides minéraux en présence de matières organiques**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en phosphore soluble dans les acides minéraux en présence de matières organiques dans tous les produits figurant dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

L'échantillon est hydrolysé au moyen d'acide sulfurique et d'acide nitrique en présence de sulfate de cuivre. Le phosphore est précipité ensuite dans un milieu acide sous forme de phosphomolybdate de quinoléine. Après filtration et lavage, le précipité est séché à 250° C et pesé.

**3. Réactifs et accessoires**

- 3.1. Acide sulfurique,  $c(1/2H_2SO_4) = 36 \text{ mol/l}$  ;  $p_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$
- 3.2. Acide nitrique,  $c(HNO_3) = 14 \text{ mol/l}$  ;  $p_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$
- 3.3. Sulfate de cuivre pentahydraté ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )
- 3.4. Molybdate de sodium dihydraté ( $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$ )
- 3.5. Heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté ( $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ )
- 3.6. Quinoléine ( $C_9H_7N$ ), fraîchement distillée (TOXIQUE I)
- 3.7. Acide citrique monohydraté ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ )

3.8. Reagens ten behoeve van de precipitatie van fosfor

3.8.1. Bereiding op basis van natriummolybdaat

Los 70 g natriummolybdaat dihydraat (3.4) op in 100 ml water (oplossing A).

Los 60 g citroenzuur monohydraat (3.7) op in 100 ml en voeg hier aan toe 85 ml salpeterzuur (3.2) (oplossing B). Voeg onder roeren oplossing A bij oplossing B; aldus verkrijgt men oplossing C.

Voeg 35 ml salpeterzuur (3.2) toe aan 50 ml water en meng. Voeg aan het mengsel 5 ml chinoline (3.6) toe en meng opnieuw. Giet deze oplossing bij oplossing C, meng zorgvuldig en laat dan een nacht in het donker staan. Vul aan met water tot 500 ml, meng opnieuw en filtreer door een glasfiltertrechter (4.5). Bewaar het reagens in het donker in een polyethyleen fles.

3.8.2. Bereiding op basis van ammoniummolybdaat

Los, onder zacht verwarmen, 100 g ammoniumheptamolybdaat tetrahydraat (3.5) op in 300 ml water en roer zo nu en dan (oplossing A).

Los 120 g citroenzuur monohydraat (3.7) op in 200 ml water en voeg 170 ml salpeterzuur (3.2) toe (oplossing B).

Meng 70 ml salpeterzuur (3.2) met 10 ml chinoline (3.6) (oplossing C).

Giet oplossing A langzaam onder goed omroeren bij oplossing B en meng zorgvuldig. Voeg aan dit mengsel oplossing C toe en vul aan tot 1 liter. Laat gedurende 2 dagen in het donker staan en filtreer door een glasfiltertrechter (4.5). Bewaar het reagens in het donker in een polyethyleen fles.

Opmerking

*De reagentia 3.8.1 en 3.8.2 zijn bij toepassing gelijkwaardig.*

3.9. Kaliumdiwaterstoffosfaat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )

### 3.8. Réactif pour la précipitation du phosphore

#### 3.8.1. Préparation à base de molybdate de sodium

Dissoudre 70 g de molybdate de sodium dihydraté (3.4.) dans 100 ml d'eau (solution A). Dissoudre 60 g d'acide citrique monohydraté dans 100 ml et y ajouter 85 ml d'acide nitrique (3.2.) (solution B). Ajouter tout en agitant la solution A à la solution B. On obtient ainsi la solution C.

Ajouter 35 ml d'acide nitrique (3.2.) à 50 ml d'eau et mélanger. Ajouter au mélange 5 ml de quinoléine (3.6.) et mélanger à nouveau. Verser cette solution dans la solution C, mélanger soigneusement et laisser reposer une nuit à l'abri de la lumière. Porter à 500 ml avec de l'eau, mélanger à nouveau et filtrer en faisant passer à travers un entonnoir à plaque filtrante (4.5.). Conserver le réactif à l'abri de la lumière dans un flacon en polyéthylène.

#### 3.8.2. Préparation à base de molybdate d'ammonium

Dissoudre en chauffant légèrement 100 g d'heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté (3.5.) dans 300 ml d'eau et agiter de temps à autre (solution A).

Dissoudre 120 g d'acide citrique monohydraté (3.7.) dans 200 ml d'eau et ajouter 170 ml d'acide nitrique (3.2.) (solution B).

Mélanger 70 ml d'acide nitrique (3.2.) avec 10 ml de quinoléine (3.6.) (solution C).

Verser lentement en agitant bien la solution A dans la solution B et mélanger soigneusement. Ajouter à ce mélange la solution C et porter à 1 litre. Laisser reposer à l'abri de la lumière pendant 2 jours et filtrer en faisant passer à travers un entonnoir à plaque filtrante (4.5.). Conserver le réactif à l'abri de la lumière dans un flacon en polyéthylène.

#### Observation

*Les réactifs 3.8.1. et 3.8.2. sont d'application équivalente.*

### 3.9. Dihydrogénophosphate de potassium ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Kjeldahlkolf van circa 700 ml
- 4.2. Glasfilterkroezen, poriënwijde 5-20  $\mu\text{m}$ . Droog de kroes vóór gebruik in een droogstoof (4.4) bij  $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  gedurende tenminste 15 minuten, koel af in een exsiccator en weeg op 0,1 mg nauwkeurig.
- 4.3. Afzuigfles voor filtratie onder verminderde druk
- 4.4. Droogstoof, ingesteld op  $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$
- 4.5. Glasfiltertrechter, poriënwijde 5-20  $\mu\text{m}$

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

#### 6. Werkwijze

##### 6.1. Destructie

Weeg 5 g analysemonster op 1 mg nauwkeurig af en breng dit in een Kjeldahlkolf (4.1). Voeg 15 ml water toe en zwenk om teneinde het monster in suspensie te brengen. Voeg achtereenvolgens toe 0,5 g kopersulfaat (3.3), 20 ml salpeterzuur (3.2) en voorzichtig 30 tot 40 ml zwavelzuur (3.1). Indien een sterke reactie optreedt, wacht dan tot deze is beëindigd. Breng daarna langzaam tot koken en kook tot de vloeistof helder is. Laat de vloeistof, indien deze na een half uur koken nog niet helder is, even afkoelen, voeg dan een weinig salpeterzuur (3.2) toe en kook opnieuw. Deze bewerking dient eventueel te worden herhaald tot de vloeistof helder is. Kook vervolgens tot het ontstaan van witte zwavelzuurdampen. Laat even afkoelen en voeg dan voorzichtig en onder omzwenken 300 ml water toe. Laat daarna afkoelen tot kamertemperatuur en breng de vloeistof kwantitatief over in een maatkolf van 500 ml. Vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer.

#### 4. Appareillage

- 4.1. Ballon de Kjeldahl d'environ 700 ml
- 4.2. Creusets filtrants avec plaque en verre filtré, diamètre des pores 5-20  $\mu\text{m}$ . Sécher le creuset avant usage dans une étuve (4.4.) à  $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  pendant au moins 15 minutes, refroidir dans un exsiccateur et peser à 0,1 mg près
- 4.3. Fiole à vide pour la filtration sous pression réduite
- 4.4. Etuve réglable à  $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$
- 4.5. Entonnoir à plaque filtrante, diamètre des pores 5-20  $\mu\text{m}$ .

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

Voir Chapitre I.

#### 6. Mode opératoire

##### 6.1. Destruction

Peser, à 1 mg près, 5 g de l'échantillon et introduire cette prise d'essai dans un ballon sec de Kjeldahl (4.1.). Ajouter 15 ml d'eau et agiter afin de mettre l'échantillon en suspension. Ajouter successivement 0,5 g de sulfate de cuivre (3.3.), 20 ml d'acide nitrique (3.2.) et prudemment 30 à 40 ml d'acide sulfurique (3.1.). Lorsqu'une réaction violente se produit, attendre jusqu'à ce qu'elle soit terminée. Porter ensuite lentement à ébullition et maintenir à ébullition jusqu'à ce que le liquide soit devenu limpide. Si après une demi-heure d'ébullition, le liquide n'est pas encore devenu limpide, ajouter après avoir refroidi quelque peu une faible quantité d'acide nitrique (3.2.) et porter à nouveau à ébullition. Répéter éventuellement cette opération jusqu'à l'obtention d'un liquide limpide. Faire bouillir ensuite jusqu'à l'apparition de vapeurs sulfuriques blanches. Laisser refroidir un peu et ajouter ensuite prudemment tout en agitant 300 ml d'eau. Laisser refroidir à température ambiante et transvaser le liquide quantitativement dans un ballon jaugé de 500 ml. Porter à 500 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer.

## 6.2. Precipitatie

Pipeteer, eventueel na verdunnen, een aliquot gedeelte van het filtraat, dat maximaal 15 mg fosforpentoxyde (fosforzuuranhydride,  $P_2O_5$ ) bevat, in een conisch bekersglas of erlenmeyer van 500 ml.

Opmerking

*Om na te gaan of een verdunning noodzakelijk is en voor het vaststellen van het te pipetteren aliquot kan onderstaande tabel worden geraadpleegd.*

% $P_2O_5$	% P	Verdunning	Aliquot (ml)
5 - 10	2,2 - 4,4	-	10
10 - 25	4,4 - 11,0	50 → 500	50
> 25	> 11	50 → 500	25

Voeg 15 ml salpeterzuur (3.2) toe en breng het volume met water op circa 100 ml. Breng de oplossing juist aan de kook en voeg toe in een dunne straal onder voortdurend roeren 40 ml neerslagreagens (3.8.1 of 3.8.2). Plaats het bekersglas/erlenmeyer kolf gedurende 15 minuten in kokend water en zwenk gedurende die tijd zo nu en dan om. Filtreer, gebruik makend van een afzuigfles (4.3), de bovenstaande vloeistof onder drukvermindering af door een glasfilterkroes (4.2). Was het neerslag uit door zesmaal te decanteren met telkens 30 ml water. Breng de rest van het neerslag vervolgens kwantitatief over in de glasfilterkroes met behulp van een spuitfles. Was viermaal uit met in totaal 20 ml water en laat hierbij telkens het waswater nagenoeg geheel doortopen. Zuig het neerslag tenslotte geheel droog.

Droog de kroes aan de buitenkant af met filtreerpapier. Plaats de kroes in een droogstoof (4.4) en droog bij  $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  tot constante massa (in het algemeen 15 minuten). Koel af in een exsiccator tot kamertemperatuur en weeg op 0,1 mg nauwkeurig.

## 6.2. Précipitation

Introduire à l'aide d'une pipette, éventuellement après dilution, une partie aliquote du filtrat contenant au maximum 15 mg de pentoxyde de phosphore (anhydride phosphorique  $P_2O_5$ ) dans un bécher ou un erlenmeyer de 500 ml.

*Remarque :*

*Le tableau ci-dessous peut être consulté pour vérifier la nécessité d'effectuer une dilution ou pour déterminer la partie aliquote à prélever à l'aide d'une pipette.*

% $P_2O_5$	% P	Dilution	Partie aliquote (ml)
5 - 10	2,2 - 4,4	-	10
10 - 25	4,4 - 11,0	50 → 500	50
> 25	> 11	50 → 500	25

Ajouter 15 ml d'acide nitrique (3.2.) et porter à environ 100 ml avec de l'eau. Porter la solution juste à ébullition et ajouter en un fin filet tout en agitant continuellement 40 ml du réactif précipitant (3.8.1. ou 3.8.2.). Placer le bécher/erlenmeyer pendant 15 minutes dans l'eau bouillante et agiter de temps à autre. Filtrer le liquide susmentionné sous pression réduite à travers un creuset filtrant (4.2.) fixé à une fiole à vide (4.3.) Laver le précipité en le faisant décanter six fois avec chaque fois 30 ml d'eau. Introduire ensuite quantitativement le résidu du précipité dans le creuset filtrant à l'aide d'une pissette. Laver quatre fois avec 20 ml d'eau au total et laisser passer chaque fois presque toute l'eau de lavage. Essorer totalement le précipité par aspiration.

Sécher la face externe du creuset avec du papier filtre. Placer le creuset dans une étuve (4.4) et sécher à  $250^\circ C \pm 10^\circ C$  jusqu'à l'obtention d'une masse constante (en général 15 minutes). Refroidir à température ambiante dans un exsiccateur et peser.

### 6.3. Blancobepaling

Verricht voor elke serie bepalingen een blancobepaling met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan fosfor oplosbaar in mineraal zuur, uitgedrukt in massaprocenten fosforpentoxyde (%  $P_2O_5$ ) met de volgende formule :

$$w_{P_2O_5} = \frac{(A - a) \cdot f \cdot D \cdot v_a}{m \cdot v_b} \cdot 100 \%$$

waarin :

- $w_{P_2O_5}$  het gehalte aan fosfor, oplosbaar in mineraal zuur, is, in %  $P_2O_5$  (m/m)
- A de massa van het chinolinefosformolybdaat is, in g
- a de massa van het chinolinefosformolybdaat verkregen bij de blancobepaling is, in g
- f de omrekeningsfactor van chinolinefosformolybdaat naar  $P_2O_5$  is. Deze bedraagt 0,032074
- D de verdunningsfactor is
- $v_b$  het volume van de extractieoplossing is, in ml
- m de massa van het analysemonster is, in g
- $v_a$  het volume van het gepipetteerde aliquot van het eventueel verdunde filtraat is, in ml.

## 8. Controlebepaling

Verricht een controlebepaling in een aliquot deel van een oplossing van kaliumdiwaterstoffosfaat (3.9) in water, dat 10 tot 15 mg fosforpentoxyde ( $P_2O_5$ ) bevat.

---



### 6.3. Essai à blanc

Effectuer pour chaque série de déterminations un essai à blanc avec seulement les réactifs. Tenir compte du résultat de cet essai pour le calcul du résultat final.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en phosphore soluble dans les acides minéraux exprimée en pourcentage en masse de pentoxyde de phosphore (%  $P_2O_5$ ) à l'aide de la formule suivante :

$$W_{P_2O_5} = \frac{(A - a) \cdot f \cdot D \cdot v_e}{m \cdot v_a} \cdot 100 \%$$

où :

$W_{P_2O_5}$  = la teneur en phosphore soluble dans les acides minéraux en %  $P_2O_5$  (m/m)

A = masse en g du phosphomolybdate de quinoléine

a = masse en g du phosphomolybdate de quinoléine obtenue lors de la détermination à blanc

f = facteur de conversion du phosphomolybdate de quinoléine en  $P_2O_5$ .  
Celui-ci s'élève à 0,032074

D = facteur de dilution

$v_e$  = volume en ml de la solution d'extraction

m = masse en g de l'échantillon à analyser

$v_a$  = volume en ml de la partie aliquote du filtrat prélevée à l'aide d'une pipette.

## 8. Contrôle de la méthode

Effectuer l'analyse sur une partie aliquote d'une solution de dihydrogénophosphate de potassium (3.9) dans de l'eau contenant 10 mg de pentoxyde de phosphore ( $P_2O_5$ ).

---

**Methode BNL-P-2 :****Bepaling van fosfor in extracten van meststoffen bij aanwezigheid van organische stof****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan fosfor in aanwezigheid van organische stof, na extractie met één van volgende middelen : water, neutraal ammoniumcitraat, 2 % citroenzuur, 2 % mierenzuur, alkalisch ammoniumcitraat bij 65°C, alkalisch ammoniumcitraat bij kamertemperatuur, en alkalisch ammoniumcitraat volgens Joulie. Deze methode is toepasbaar voor alle producten die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering. Voor het gehalte aan fosfor oplosbaar in mineraal zuur wordt verwezen naar methode BNL-P-1.

**2. Principe**

Het monster wordt geëxtraheerd met een voor het produkt geschikt extractiemiddel, hetzij water, neutraal ammoniumcitraat, 2 % citroenzuur, 2 % mierenzuur, alkalisch ammoniumcitraat bij 65°C, alkalisch ammoniumcitraat bij kamertemperatuur, en alkalisch ammoniumcitraat volgens Joulie. De opgeloste organische stof wordt door verassen verwijderd en vervolgens wordt het fosfor in zuur milieu als chinolinefosformolybdaat geprecipiteerd. Na filtreren en uitwassen wordt het neerslag gedroogd bij 250°C en gewogen.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

- 3.1. Salpeterzuur,  $c(\text{HNO}_3) = 14 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$
- 3.2. Reagens ten behoeve van de precipitatie van fosfor : zie methode BNL-P-1, punt 3.8
- 3.3. Kaliumdiwaterstoffosfaat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )

**Méthode BNL-P-2 :****Détermination de la teneur en phosphore dans des extraits d'engrais en présence de matières organiques****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en phosphore en présence de matières organiques après extraction avec un des agents suivants : eau, citrate d'ammonium neutre, acide citrique à 2 %, acide formique à 2 %, citrate d'ammonium alcalin à 65°C, citrate d'ammonium alcalin à température ambiante et citrate d'ammonium alcalin selon Joulie. Cette méthode est applicable à tous les produits figurant dans l'annexe I de la Réglementation. Pour la teneur en phosphore soluble dans des acides minéraux, on peut se référer à la méthode BNL-P-1.

**2. Principe**

L'échantillon est extrait à l'aide d'un agent d'extraction approprié pour le produit, soit de l'eau, du citrate d'ammonium neutre, de l'acide citrique à 2 %, de l'acide formique à 2 %, du citrate d'ammonium alcalin à 65° C, du citrate d'ammonium alcalin à température ambiante ou du citrate d'ammonium alcalin selon Joulie. La matière organique dissoute est éliminée par calcination, et le phosphore est précipité ensuite en milieu acide sous forme de phosphomolybdate de quinoléine. Après filtration et lavage, le précipité est séché à 250° C et pesé.

**3. Réactifs et accessoires**

- 3.1. Acide nitrique  $c(\text{HNO}_3) = 14,4 \text{ mol/l}$ ,  $p_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$
- 3.2. Réactif pour la précipitation : cf. méthode BNL-P-1, point 3.8
- 3.3. Dihydrogénophosphate de potassium ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Schalen van platina, porselein of kwarts met een inhoud van 150 à 200 ml.
- 4.2. Electriche moffeloven ingesteld op  $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ .
- 4.3. Afzuigfles voor filtratie onder verminderde druk.
- 4.4. Glasfilterkroes, poriënwijde 5-20  $\mu\text{m}$ . Droog de kroes voor gebruik in een droogstoof (4.5) bij  $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  gedurende tenminste 15 minuten, koel af in een exsiccator en weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig.
- 4.5. Droogstoof, ingesteld op  $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ .

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdtuk I.

#### 6. Werkwijze

##### 6.1. Extractie

Extraheer het monster met een voor het product geschikt extractiemiddel volgens één van de methoden beschreven in EG-Richtlijn 77/535/EEG. Voor de hoeveelheid af te wegen monster, de samenstelling en de hoeveelheid van de toe te voegen extractievloeistof, de tijdsduur en temperatuur waarbij de extractie verloopt, alsmede alle andere parameters die het extractierendement kunnen beïnvloeden, dienen de aanwijzingen van één van volgende EG-methoden nauwkeurig gevolgd te worden :

- extractie in water : EG-methode 3.1.6 ;
- extractie in neutraal ammoniumcitraat : EG-methode 3.1.4 ;
- extractie in 2 % citroenzuur : EG-methode 3.1.3 ;
- extractie in 2 % mierenzuur : EG-methode 3.1.2 ;
- extractie in alkalisch ammoniumcitraat bij  $65^{\circ}\text{C}$  : EG-methode 3.1.5.1 ;
- extractie in alkalisch ammoniumcitraat bij kamertemperatuur : EG-methode 3.1.5.2 ;
- extractie in alkalisch ammoniumcitraat volgens Joulie : EG-methode 3.1.5.3.

#### 4. Appareillage

- 4.1. Capsules de platine, porcelaine ou quartz d'une contenance de 150 à 200 ml
- 4.2. Four électrique à moufle réglable à  $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$
- 4.3. Fiole à vide pour la filtration sous pression réduite
- 4.4. Creuset à filtre en verre, diamètre des pores 5-20  $\mu\text{m}$ . Sécher le creuset avant usage dans une étuve (4.5) à  $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  pendant au moins 15 minutes, refroidir dans un exsiccateur et peser à 0,1 mg près
- 4.5. Etuve réglable à  $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir Chapitre I.

#### 6. Mode opératoire

##### 6.1. Extraction

Extraire l'échantillon à l'aide d'un agent d'extraction approprié pour le produit selon une des méthodes décrites dans la Directive CE 77/535/CEE. Pour la quantité d'échantillon à peser, la composition et la quantité de liquide d'extraction à ajouter, la durée et la température de l'extraction ainsi que tous les autres paramètres susceptibles d'influencer le rendement de l'extraction, il convient de suivre scrupuleusement les instructions d'une des méthodes CE suivantes:

- extraction dans l'eau : méthode CE 3.1.6 ;
- extraction dans du citrate d'ammonium neutre : méthode CE 3.1.4 ;
- extraction dans de l'acide citrique à 2 % : méthode CE 3.1.3 ;
- extraction dans de l'acide formique à 2 % : méthode CE 3.1.2 ;
- extraction dans du citrate d'ammonium alcalin à  $65^{\circ}\text{C}$  : méthode CE 3.1.5.1 ;
- extraction dans du citrate d'ammonium alcalin à température ambiante : méthode CE 3.1.5.2 ;
- extraction dans du citrate d'ammonium alcalin selon Joulie : méthode CE 3.1.5.3.

## 6.2. Bepaling van fosfor in het extract

Pipetteer ten hoogste 100 ml van het gefiltreerde extract van de meststof (6.1), dat maximaal 15 mg fosforpentoxyde (fosforzuuranhydride,  $P_2O_5$ ) bevat, in een schaal (4.1). Damp in tot droog of pastavormig boven een kokend waterbad. Plaats de schaal in een koude moffeloven (4.2). Verhoog de temperatuur geleidelijk tot  $550^\circ C \pm 10^\circ C$ . Handhaaf deze temperatuur voldoende lang (minimaal 4 uur) om de organische stof te verwijderen en vermijd hierbij een overmatige volumetoename.

Bevochtig na afkoelen de inhoud van de schaal met ca 15 ml water. Voeg daarna voorzichtig 15 ml geconcentreerd salpeterzuur (3.1) toe. Verwarm gedurende 20 minuten op een kokend waterbad. Maak ondertussen het residu van de wand van de schaal los met een glazen staaf, en spoel deze daarna met weinig water af. Laat afkoelen en filtreer de suspensie door een papieren vouwfilter. Vang het filtraat op in een conische kolf van 500 ml met wijde hals. Indien het filtraat niet kleurloos is, herhaal dan de bewerking van het gefiltreerde extract en veras gedurende een langere tijd. Spoel de schaal en het residu op de filter na met water, en verdun het filtraat tot ca 100 ml.

Breng de oplossing juist aan de kook en voeg toe in een dunne straal onder voortdurend roeren 40 ml neerslagreagens (3.2). Plaats de conische kolf gedurende 15 minuten in kokend water en zwenk gedurende die tijd zo nu en dan om. Filtreer, gebruik makend van een afzuigfles (4.3), de bovenstaande vloeistof onder drukvermindering af door een glasfilterkroes (4.4). Was het neerslag uit door zesmaal te decanteren met telkens 30 ml water. Breng de rest van het neerslag vervolgens kwantitatief over in de glasfilterkroes met behulp van een spuitfles. Was viermaal uit met in totaal 20 ml water en laat hierbij telkens het waswater nagenoeg geheel doorlopen. Zuig het neerslag tenslotte geheel droog. Droog de kroes aan de buitenkant af met filtreerpapier. Plaats de kroes in een droogstoof (4.5) en droog bij  $250^\circ C \pm 10^\circ C$  tot constante massa (in het algemeen 15 minuten). Koel af in een exsiccator tot kamertemperatuur en weeg tot op 0,1 mg nauwkeurig.

## 6.2. Détermination du phosphore dans l'extrait

Introduire à l'aide d'une pipette dans une capsule (4.1.) 100 ml maximum de l'extrait filtré de l'engrais (6.1.) contenant au maximum 15 mg de pentoxyde de phosphore (anhydride phosphorique ( $P_2O_5$ )). Evaporer à sec ou jusqu'à l'obtention d'une pâte au bain-marie bouillant. Placer la capsule dans un four à moufle froid (4.2.). Porter progressivement la température à  $550^\circ C \pm 10^\circ C$ . Maintenir cette température suffisamment longtemps (au moins 4 heures) pour éliminer la matière organique (et éviter toute augmentation excessive de volume au cours de cette opération).

Après refroidissement, humidifier le contenu de la capsule avec environ 15 ml d'eau. Ajouter ensuite prudemment 15 ml d'acide nitrique concentré (3.1). Réchauffer durant 20 minutes sur un bain d'eau bouillante. Détacher entre-temps le résidu de la paroi de la capsule avec une tige en verre qui est rincée ensuite à l'eau. Laisser refroidir et filtrer la suspension à travers un filtre plissé en papier. Recueillir le filtrat dans un erlenmeyer de 500 ml à large col. Si le filtrat n'est pas incolore, recommencer le traitement de l'extrait filtré en calcinant durant une période plus longue. La capsule et le résidu sur le filtre sont rincés à l'eau, et le filtrat est dilué jusque environ 100 ml.

Porter la solution juste à ébullition et ajouter en un mince filet sous agitation constante 40 ml de réactif pour la précipitation (3.2). Placer l'erlenmeyer pendant 15 minutes dans de l'eau bouillante et l'agiter de temps à autre. Filtrer le liquide susmentionné à l'aide d'une fiole à vide (4.3) sous pression réduite à travers un creuset filtrant (4.4.). Laver le précipité en le faisant décanter six fois avec chaque fois 30 ml d'eau. Transvaser quantitativement le résidu de la précipitation dans le creuset filtrant à l'aide d'une pissette. Laver quatre fois avec 20 ml d'eau au total et laisser passer chaque fois presque toute l'eau de lavage. Essorer enfin le résidu totalement. Sécher la face externe du creuset avec du papier filtre. Placer le creuset dans une étuve (4.5) et sécher à  $250^\circ C \pm 10^\circ C$  jusqu'à obtention d'une masse constante (en général 15 minutes). Refroidir à température ambiante dans un exsiccateur et peser à 0,1 mg près.

### 6.3. Blancobepaling

Verricht voor elke serie bepalingen een blancobepaling met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan fosfor, oplosbaar in één van de extractiemiddelen water, neutraal ammoniumcitraat, 2 % citroenzuur, 2 % mierenzuur, alkalisch ammoniumcitraat bij 65°C, alkalisch ammoniumcitraat bij kamertemperatuur, en alkalisch ammoniumcitraat volgens Joulie, uitgedrukt in massaprocenten fosforpentoxyde (% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) met de volgende formule :

$$W_{P_2O_5} = \frac{(A - a) \cdot f \cdot D \cdot v_a}{m \cdot v_s} \cdot 100 \%$$

waarin :

$W_{P_2O_5}$  het gehalte aan fosfor is, oplosbaar in één der bovenvermelde extractiemiddelen, in % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (m/m)

A de massa van het chinolinefosformolybdaat, verkregen bij de bewerking van het monster, is, in g

A de massa van het chinolinefosformolybdaat, verkregen bij de blancobepaling, is, in g

f de omrekeningsfactor van chinolinefosformolybdaat naar P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> is. Deze bedraagt 0,032074

D de verdunningsfactor is

$v_s$  het volume van de extractieoplossing is, in ml

m de massa van het analysemonster is, in g

$v_a$  het volume van het gepipetteerde aliquot van het eventueel verdunde filtraat is, in ml

## 8. Controlebepaling

Verricht een controlebepaling in een aliquot deel van een oplossing van kaliumdiwaterstoffosfaat (3.3) in water, dat 10 tot 15 mg fosforpentoxyde (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) bevat.



### 6.3. Essai à blanc

Effectuer pour chaque série de détermination un essai à blanc avec uniquement les réactifs. Tenir compte du résultat de cet essai lors du calcul du résultat final.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en phosphore soluble dans un des agents d'extraction, soit l'eau, le citrate d'ammonium neutre, l'acide citrique à 2 %, l'acide formique à 2 %, le citrate d'ammonium alcalin à 65°C, le citrate d'ammonium alcalin à température ambiante et le citrate d'ammonium alcalin selon Joulie, exprimée en pourcentage de masse du pentoxyde de phosphore ( %  $P_2O_5$  ) à l'aide de la formule suivante :

$$W_{P_2O_5} = \frac{(A-a) \cdot f \cdot D \cdot v_0}{m \cdot v_0} \cdot 100 \%$$

où :

- $W_{P_2O_5}$  = teneur en phosphore soluble dans un des agents d'extraction susmentionnés, exprimé en %  $P_2O_5$  (m/m)
- A = masse en g du phosphomolybdate de quinoléine obtenue au cours du traitement de l'échantillon
- a = masse en g du phosphomolybdate de quinoléine obtenue lors de la détermination à blanc
- f = facteur de conversion du phosphomolybdate de quinoléine en  $P_2O_5$ ; celui-ci s'élève à 0,032074
- D = facteur de dilution
- $v_0$  = volume en ml de la solution d'extraction
- m = masse en g de l'échantillon à analyser
- $v_0$  = volume en ml de la part aliquote du filtrat éventuellement dilué prélevée à l'aide d'une pipette

## 8. Contrôle de la méthode

Effectuer l'analyse sur une part aliquote d'une solution de dihydrogénophosphate de potassium (3.3) dans de l'eau contenant 10 à 15 mg de pentoxyde de phosphore ( $P_2O_5$ ).

---

**Methode BNL-K-1 :****Bepaling van kalium, oplosbaar in water, in aanwezigheid van organische stof****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan kalium oplosbaar in water en in aanwezigheid van organische stof, in alle producten die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

De kaliumzouten worden met water in oplossing gebracht. Opgeloste organische stof wordt met broomwater verwijderd en het gehalte aan kalium vlamfotometrisch bepaald in aanwezigheid van cesiumchloride en aluminiumnitraat.

**3. Reagentia en hulpmiddelen****3.1. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$** 

Voeg 500 ml zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$ , toe aan 500 ml water. Meng en koel af.

**3.2. Verzadigde oplossing van broom in water (broomwater)**

Voeg 100 ml water toe aan 5 g broom (*GIFTIG !*) en schud krachtig. Hef regelmatig en voorzichtig de overdruk op.

**3.3. Cesiumchloride ( $\text{CsCl}$ )****3.4. Aluminiumnitraat nonahydraat  $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$** **3.5. Bufferoplossing**

Los 50 g cesiumchloride (3.3) en 250 g aluminiumnitraat nonahydraat (3.4) op in water, vul aan met water tot 1000 ml en meng. Bewaar deze oplossing in een plastic fles.

**Méthode BNL-K-1 :****Détermination de la teneur en potassium soluble dans l'eau en présence de matières organiques****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en potassium soluble dans l'eau en présence de matières organiques dans tous les produits figurant à l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

Les sels de potassium sont mis en solution avec de l'eau. Après l'élimination de la matière organique à l'aide d'eau de brome, la teneur en potassium est déterminée au photomètre de flamme en présence de chlorure de césium et de nitrate d'aluminium. L'addition de ces deux substances élimine pratiquement l'incidence d'autres éléments.

**3. Réactifs et accessoires****3.1. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$** 

Ajouter 500 ml d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,18 \text{ g/ml}$  à 500 ml d'eau. Mélanger et refroidir.

**3.2. Solution saturée de brome dans l'eau (eau de brome)**

Ajouter 100 ml d'eau à 5 g de brome (TOXIQUE !) et agiter énergiquement. Eliminer régulièrement avec prudence la surpression.

**3.3. Chlorure de césium (CsCl)****3.4. Nitrate d'aluminium nonahydrate  $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$** **3.5. Solution tampon**

Dissoudre dans l'eau 50 grammes de chlorure de césium (3.3) et 250 grammes de nitrate d'aluminium nonahydrate (3.4), porter au volume de 1000 ml avec de l'eau et mélanger. Conserver cette solution dans un flacon en matière plastique.

3.6. Watervrij kaliumchloride (KCl)

3.7. Kalium-standaardoplossing, 1000 mg K/l

Los 1,910 g kaliumchloride (3.6) op in water, voeg 5 ml zoutzuur (3.1) toe, vul aan met water tot 1000 ml en meng. Bewaar deze oplossing in een plastic fles.

#### 4. Apparatuur

4.1. Roteerapparaat, 35 à 40 omwentelingen per minuut

4.2. Vlamfotometer geschikt voor de bepaling van kalium bij een golflengte van 767 nm

Voor de instellingen van het toestel en het uitvoeren van de metingen dienen de aanbevelingen van de fabricant strikt nageleefd te worden.

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

#### 6. Werkwijze

6.1. Extractie

Weeg 5 g van het analysemonster tot op 1 mg nauwkeurig, en breng dit in een maatkolf van 500 ml. Voeg circa 400 ml water toe. Plaats de kolf in het roteerapparaat (4.1) en laat gedurende een half uur roteren. Vul met water aan tot 500 ml en meng.

6.2. Bereiding van de oplossing voor de eigenlijke bepaling

6.2.1. Bij afwezigheid van organische stof

Filtreer het extract. Pipetteer 50 ml van het filtraat in een maatkolf van 500 ml, voeg 30 ml zoutzuur (3.1) toe, vul met water aan tot 500 ml en meng.

- 3.6. Chlorure de potassium anhydre (KCl)
- 3.7. Solution étalon de potassium, 1000 mg K/l  
Dissoudre dans l'eau 1,910 g de chlorure de potassium (3.6.) en ajoutant 5 ml d'acide chlorhydrique (3.1.), porter au volume de 1000 ml avec de l'eau et homogénéiser. Conserver cette solution dans un flacon en matière plastique.

#### 4. Appareillage

- 4.1. Agitateur rotatif (culbuteur), 35 à 40 tours par minute
- 4.2. Photomètre de flamme permettant de doser le potassium à une longueur d'onde de 767 nm.  
Pour le réglage de l'appareil et la réalisation des mesures, il convient de suivre scrupuleusement les instructions du fabricant.

#### 5. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

#### 6. Mode opératoire

- 6.1. Extraction  
Peser à 1 mg près 5 g de l'échantillon et introduire cette quantité dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter environ 400 ml d'eau. Placer le ballon dans l'agitateur rotatif (culbuteur) (4.1.) et agiter pendant une demi-heure. Porter au volume de 500 ml avec de l'eau et homogénéiser.
- 6.2. Préparation de la solution pour le dosage proprement dit
  - 6.2.1. En l'absence de matières organiques  
Filtrer l'extrait. Introduire à la pipette 50 ml de filtrat dans un ballon jaugé de 500 ml, ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (3.1.), porter au volume de 500 ml avec de l'eau et homogénéiser.

#### 6.2.2. Bij aanwezigheid van organische stof

Laat het extract gedurende 1 uur bezinken. Pipetteer 50 ml van de bovenstaande vloeistof in een bekeerglas van 300 ml. Voeg 30 ml zoutzuur (3.1) toe en 10 ml broomwater (3.2) en zwenk om. Kook gedurende een half uur. Koel af en spoel de oplossing met water over in een maatkolf van 500 ml. Vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer (zie opmerking).

#### 6.2.3. Eigenlijke bepaling

Pipetteer van de volgens 6.2.1 of 6.2.2 verkregen heldere oplossing een aliquot deel, dat ten hoogste 1 mg kalium bevat, in een maatkolf van 100 ml. Voeg 10 ml bufferoplossing (3.5) toe, vul met water aan tot 100 ml en meng. Bepaal de vlamemissie-intensiteit m.b.v. de vlamfotometer (4.2).

#### 6.2.4. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling op identieke wijze als voor het monster, met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

#### 6.2.5. Calibratiecurve

Pipetteer 10 ml van de standaardoplossing (3.7) in een maatkolf van 250 ml, vul met water aan tot de maatstreep en meng. Pipetteer van deze oplossing resp. 0; 5; 10; 15; 20 en 25 ml in een serie maatkolven van 100 ml. Voeg aan elke kolf 10 ml bufferoplossing (3.5) toe, vul met water aan tot 100 ml en meng. De concentratie in de calibratieoplossingen bedraagt resp. 0; 2; 4; 6; 8 en 10 mg K/l. Bepaal de vlamemissie-intensiteit van deze oplossingen. Stel een calibratiecurve op door de intensiteit uit te zetten als functie van de kaliumconcentratie. Bepaal hieruit de concentratie in de monster- en de blanco-oplossing.

#### 6.2.2. En présence de matières organiques

Laisser décanter la solution pendant 1 heure. Introduire à la pipette 50 ml de liquide sumageant dans un bécber de 300 ml. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (3.1.) et 10 ml d'eau de brome (3.2.) et agiter. Faire bouillir pendant une demi-heure. Refroidir et transvaser la solution dans un ballon jaugé de 500 ml avec de l'eau. Porter au volume de 500 ml avec de l'eau, homogénéiser et filtrer (cf. remarque).

#### 6.2.3. Dosage proprement dit

Introduire à la pipette dans un ballon jaugé de 100 ml une quantité aliquote de solution limpide obtenue selon 6.2.1. ou 6.2.2., et contenant au maximum 1 mg de potassium. Ajouter 10 ml de solution tampon (3.5.). Porter au volume de 100 ml avec de l'eau et homogénéiser. Déterminer l'intensité d'émission de la flamme à l'aide du photomètre de flamme (4.2.).

#### 6.2.4. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant identiquement le même mode opératoire que pour l'échantillon en utilisant uniquement les réactifs. Tenir compte du résultat de cet essai dans le calcul du résultat final.

#### 6.2.5. Courbe d'étalonnage

Introduire à la pipette 10 ml de la solution étalon (3.7.) dans un ballon jaugé de 250 ml, porter au volume avec de l'eau et homogénéiser. De cette solution, introduire à la pipette respectivement 0; 5; 10; 15; 20 et 25 ml dans une série de ballons jaugés de 100 ml. Ajouter dans chaque ballon 10 ml de solution tampon (3.5.), porter au volume de 100 ml avec de l'eau et homogénéiser. La concentration dans ces solutions d'étalonnage s'élève respectivement à 0; 2; 4; 6; 8 et 10 mg KI. Déterminer l'intensité d'émission de la flamme de ces solutions. Tracer une courbe d'étalonnage en représentant l'intensité comme fonction de la concentration en potassium. Déterminer à partir de là la concentration dans la solution de l'échantillon et la solution à blanc .

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan kalium oplosbaar in water, uitgedrukt in massaprocenten kaliumoxyde ( $K_2O$ ), met behulp van de volgende formule :

$$w_{K_2O} = \frac{(C_m - C_b) \cdot f \cdot D \cdot v_e}{m \cdot 10^6} \cdot 100 \%$$

waarin :

- $w_{K_2O}$  het gehalte aan kalium oplosbaar in water is, in %  $K_2O$  (m/m)
- $C_m$  de concentratie aan kalium in de monsteroplossing is, in mg K/l
- $C_b$  de concentratie aan kalium in de blanco-oplossing is, in mg K/l
- $f$  de omrekeningsfactor van K naar  $K_2O$  is. Deze bedraagt 1,205
- $D$  de verdunningsfactor is, rekening houdend met de opeenvolgende stappen waarbij de extractieoplossing verdund wordt tot de meetoplossing ;
- $v_e$  het volume van de extractieoplossing is, in ml
- $m$  de massa van het analysemonster is, in g

## 8. Opmerking

Indien het niet mogelijk is op de onder 6.2.2 aangegeven werkwijze een helder filtraat te verkrijgen, dient 50 ml van de bovenstaande vloeistof in een schaal te worden drooggedampt op een kokend waterbad. Sluit de schaal nadien af met een deksel en veras gedurende 3 uren bij  $550^\circ C$ . Spoel na afkoelen het deksel met 30 ml zoutzuur (3.1) af, verzamel het zoutzuur in de schaal en plaats de schaal gedurende 30 minuten op een kokend waterbad. Breng de inhoud daarna met water over in een maatkolf van 500 ml. Koel af en vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer. Handel verder als is beschreven onder 6.2.3.

---



### 7. Calcul

Calculer la teneur en potassium soluble dans l'eau, exprimée en pourcentage de masse d'oxyde de potassium ( $K_2O$ ) à l'aide de la formule suivante :

$$W_{K_2O} = \frac{(C_m - C_b) \cdot f \cdot D \cdot v_e}{m \cdot 10^6} \cdot 100 \%$$

où :

- $W_{K_2O}$  est la teneur en potassium soluble dans l'eau en %  $K_2O$  (m/m)  
 $C_m$  est la concentration de potassium dans la solution d'échantillon en mg/l  
 $C_b$  est la concentration de potassium dans la solution à blanc en mg/l  
 $F$  est le facteur de conversion de K en  $K_2O$ . Il est de 1,205  
 $D$  est le facteur de dilution tenant compte des différentes étapes durant lesquelles la solution d'extraction devient la solution de mesure  
 $v_e$  est le volume de la solution d'extraction en ml  
 $m$  est la masse en g de l'échantillon d'analyse

### 8. Observation

Si en appliquant la technique indiquée sous 6.2.2, il n'est pas possible d'obtenir un filtrat limpide, évaporer à sec dans une capsule 50 ml de liquide sumageant sur un bain de vapeur. Couvrir la capsule d'un couvercle et calciner pendant 3 heures à 550° C. Après refroidissement, rincer le couvercle avec 30 ml d'acide chlorhydrique (3.1.), récolter l'acide chlorhydrique dans la capsule et placer la capsule pendant 30 minutes sur un bain-marie bouillant. Transvaser ensuite le contenu avec de l'eau dans un ballon jaugé de 500 ml. Après refroidissement, porter au volume de 500 ml, homogénéiser et filtrer. Poursuivre l'analyse comme décrit sous 6.2.3.

---

**Methode BNL-Mg-1 :****Bepaling van magnesium, oplosbaar in mineraal zuur****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan magnesium oplosbaar in mineraal zuur in alle producten die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

De magnesiumverbindingen in het analysemonster worden met verdund zoutzuur in oplossing gebracht. Eventueel aanwezige organische stof wordt met waterstofperoxyde verwijderd, waarna het gehalte aan magnesium met behulp van atoomabsorptiespectrometrie wordt bepaald.

**3. Reagentia en hulpmiddelen****3.1. Zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$** 

Verduin 1 volumedeel zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) met 1 volumedeel water.

**3.2. Zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$** 

Verduin 1 volumedeel zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) met 23 volumedelen water.

**3.3. Waterstofperoxydeoplossing,  $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 10 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,11 \text{ g/ml}$ .****3.4. Magnesiumstandaardoplossing van 1,00 mg Mg per ml**

Weeg 1,141 g magnesiumsulfaat heptahydraat ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) of 1,658 g carbonaatvrije magnesiumoxyde ( $\text{MgO}$ ) af in een bekersglas van 600 ml. Voeg 100 ml water toe en 85 ml zoutzuur 6 mol/l (3.1). Los op en breng kwantitatief over in een maatkolf van 1000 ml, vul met water aan tot de maatstreep en meng. Een in de handel verkrijgbare standaardoplossing kan eveneens gebruikt worden. Deze dient voor gebruik te worden gecontroleerd.

**Méthode BNL-Mg-1 :**  
**Détermination de la teneur en magnésium soluble dans les acides minéraux**

**1. Objet et domaine d'application**

La présente prescription décrit une méthode pour la détermination de la teneur en magnésium soluble dans les acides minéraux dans tous les produits mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

Les composés magnésiens de l'échantillon à analyser sont mis en solution avec de l'acide chlorhydrique dilué. Les matières organiques éventuellement présentes sont éliminées avec de l'eau oxygénée; après quoi, la teneur en magnésium est déterminée par spectrométrie d'absorption atomique.

**3. Réactifs et accessoires**

**3.1. Acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$**

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) avec 1 volume d'eau.

**3.2. Acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$**

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) avec 23 volumes d'eau.

**3.3. Solution d'eau oxygénée,  $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 10 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,11 \text{ g/ml}$**

**3.4. Solution standard de magnésium à 1,00 mg Mg par ml**

Peser 10,141 g de sulfate de magnésium heptahydraté ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) ou 1,658 g d'oxyde de magnésium exempt de carbonates (MgO) dans un bécher de 600 ml. Ajouter 100 ml d'eau et 85 ml d'acide chlorhydrique à 6 mol/l (3.1). Dissoudre et transvaser quantitativement dans un ballon jaugé de 1000 ml, porter la solution au trait avec de l'eau et mélanger. On peut également utiliser une solution standard disponible dans le commerce. Celle-ci doit être contrôlée avant usage.

- 3.5. Strontiumchlorideoplossing van ca 5 % (m/v) Sr  
Los 75 g strontiumchloridehexahydraat ( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) op in zoutzuur 0,5 mol/l (3.2), vul met dezelfde zoutzuuroplossing aan tot 500 ml, en meng.

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Elektrische verwarmingsplaat met instelbare temperatuur
- 4.2. Atoomabsorptiespectrometer met magnesiumlamp, ingesteld op 285,2 nm  
Gebruik een lucht-acetylenevlam. Voor de instellingen van het toestel en het uitvoeren van de metingen dienen de aanbevelingen van de fabricant strikt nageleefd te worden.

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

#### 6. Werkwijze

##### 6.1. Extractie

Weeg, op 1 mg nauwkeurig, ongeveer 5 gram analysemonster af en breng dit in een bekeerglas van 600 ml. Voeg ongeveer 400 ml water toe en 50 ml zoutzuur 6 mol/l (3.1). Dek af met een horlogeglas, breng de vloeistof voorzichtig aan de kook en laat gedurende 30 minuten koken. Let op voor schuimvorming. Koel af en roer nu en dan. Spoel het horlogeglas met water af en breng het geheel kwantitatief over in een maatkolf van 500 ml. Vul aan met water tot de maatstreep, meng en filtreer.

##### 6.2. Bereiding van de oplossing voor de eigenlijke bepaling

###### 6.2.1. Bij afwezigheid van organische stof

Verdun het extract (6.1) met zoutzuur 0,5 mol/liter (3.2) tot een concentratie die ligt binnen het optimale meetgebied van de spectrometer (4.2). De uiteindelijke meetoplossing moet 0,5% (m/v) strontium (3.5) bevatten.

- 3.5. Solution de chlorure de strontium à environ 5 % (m/v) Sr  
Dissoudre 75 g de chlorure de strontium hexahydraté ( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l (3.2), porter à 500 ml avec la même solution d'acide chlorhydrique et mélanger.

#### 4. Appareillage

- 4.1. Plaque chauffante électrique à température réglable
- 4.2. Spectromètre d'absorption atomique avec lampe au magnésium, réglé à 285,2 nm.  
Utiliser une flamme air-acétylène. Pour le réglage de l'appareil et la réalisation des mesures, il y a lieu de respecter rigoureusement les recommandations du fabricant.

#### 5. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

#### 6. Mode opératoire

##### 6.1. Extraction

Peser à 1 mg près environ 5 g de l'échantillon à analyser et verser dans un bécher de 600 ml. Ajouter environ 400 ml d'eau et 50 ml d'acide chlorhydrique à 6 mol/l (3.1). Couvrir d'un verre de montre, porter le liquide prudemment à ébullition et laisser bouillir pendant 30 minutes. Faire attention à la formation de mousse. Laisser refroidir et agiter de temps à autre. Rincer le verre de montre avec de l'eau et transvaser le tout quantitativement dans un ballon jaugé de 500 ml. Porter au trait avec de l'eau, mélanger et filtrer.

##### 6.2. Préparation de la solution pour la détermination proprement dite

###### 6.2.1. En l'absence de matières organiques

Diluer l'extrait (6.1) avec de l'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l (3.2) jusqu'à l'obtention d'une concentration se situant dans le champ de mesure optimal du spectromètre (4.2). La solution finale à mesurer doit contenir 0,5 % (m/v) de strontium (3.5).

### 6.2.2. Bij aanwezigheid van organische stof

Verdun het extract (6.1) met zoutzuur 0,5 mol/liter (3.2) tot een concentratie die ongeveer 10 maal hoger is dan aangegeven door het optimale meetgebied van de spectrometer (4.2). Pipetteer vervolgens 25 ml verdund extract in een bekersglas van 100 ml en voeg 5 ml waterstofperoxydeoplossing (3.3) toe. Bedek met een horlogeglas en laat het oxydatieproces gedurende ongeveer 1 uur bij kamertemperatuur verlopen. Breng de oplossing daarna geleidelijk aan de kook en laat gedurende een half uur zacht koken. Voeg, indien nodig, nogmaals 5 ml waterstofperoxydeoplossing toe om de resterende organische verbindingen verder af te breken en kook opnieuw gedurende een half uur. Koel de oplossing af, spoel het horlogeglas met water af en breng het geheel kwantitatief over in een maatkolf van 50 ml. Vul met water aan tot de maatstreep, meng en filtreer indien nodig. Verdun vervolgens de oplossing 5 maal met zoutzuur 0,5 mol/liter (3.2): De uiteindelijke meetoplossing moet 0,5 % (m/v) strontium (3.5) bevatten.

### 6.3. Calibratiecurve

Verdun de standaardoplossing van 1,00 mg Mg/ml (3.4) met zoutzuur 0,5 mol/liter (3.2) voor de bereiding van tenminste 5 ijkoplossingen met oplopende concentratie, waarbij de -concentraties liggen binnen het optimale meetgebied van de spectrometer (4.2). Deze oplossingen moeten 0,5 % strontium (3.5) bevatten.

### 6.4. Eigenlijke bepaling

Stel de spectrometer (4.2) in voor meting bij 285,2 nm. Verstuif achtereenvolgens de ijkoplossingen (6.3), de monsteroplossing (6.2) en de blanco-oplossing (6.5). Spoel de spectrometer telkens met water en met de oplossing die daarna wordt gemeten. Teken de calibratiecurve door voor elk van de ijkoplossingen op de y-as het resultaat van de meting met de spectrometer uit te zetten en op de x-as de overeenkomstige magnesiumconcentraties, uitgedrukt in  $\mu\text{g Mg per ml}$ . Bereken met behulp van de calibratiecurve de magnesiumconcentratie van de monsteroplossing,  $C_m$ , en van de blanco-oplossing,  $C_b$ .

#### 6.2.2. En présence de matières organiques

Diluer l'extrait (6.1) avec de l'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l (3.2) jusqu'à l'obtention d'une concentration environ 10 fois supérieure à celle indiquée par le champ de mesure optimal du spectromètre (4.2). Introduire ensuite à l'aide d'une pipette 25 ml d'extrait dilué dans un bécher de 100 ml et ajouter 5 ml d'une solution d'eau oxygénée (3.3). Couvrir d'un verre de montre et laisser le processus d'oxydation s'opérer pendant environ 1 heure à température ambiante. Porter ensuite progressivement la solution à ébullition et laisser bouillir à feu doux pendant une demi-heure. Ajouter si nécessaire encore 5 ml d'une solution d'eau oxygénée pour poursuivre la destruction des composés organiques subsistants et faire bouillir à nouveau pendant une demi-heure. Laisser refroidir la solution, rincer le verre de montre avec de l'eau et transvaser le tout quantitativement dans un ballon jaugé de 50 ml. Porter au trait avec de l'eau, mélanger et filtrer si nécessaire. Diluer ensuite 5 fois la solution avec de l'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l (3.2). La solution finale à mesurer doit contenir 0,5 % (m/v) de strontium (3.5).

#### 6.3. Courbe de calibrage

Diluer la solution standard à 1,00 mg Mg/ml (3.4) avec de l'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l (3.2) pour la préparation d'au moins 5 solutions d'étalonnage de concentration croissante, les concentrations se situant dans le champ de mesure optimal du spectromètre (4.2). Ces solutions doivent contenir 0,5 % de strontium (3.5).

#### 6.4. Détermination proprement dite

Régler le spectromètre (4.2) à 285,2 nm pour la détermination. Pulvériser successivement les solutions d'étalonnage (6.3), la solution à mesurer (6.2) et la solution témoin (6.5). Rincer chaque fois le spectromètre avec de l'eau et avec la solution mesurée ensuite. Tracer la courbe de calibrage en plaçant pour chacune des solutions d'étalonnage le résultat de la détermination avec le spectromètre sur l'axe y et les concentrations de magnésium correspondantes, exprimées en  $\mu\text{g Mg par ml}$ , sur l'axe x. Calculer à l'aide de la courbe de calibrage la concentration en magnésium de la solution à mesurer,  $C_m$ , et de la solution témoin,  $C_b$ .

### 6.5. Blancobepaling

Verricht voor elke serie bepalingen een blancobepaling met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

### 7. Berekening

Bereken het gehalte aan magnesium, oplosbaar in mineraal zuur, uitgedrukt in massaprocenten magnesiumoxyde (MgO), met behulp van de volgende formule :

$$W_{\text{MgO}} = \frac{(C_m - C_b) \cdot f \cdot D \cdot v_e}{m \cdot 10^6} \cdot 100 \%$$

waarin :

- $W_{\text{MgO}}$  het gehalte aan magnesium oplosbaar in mineraal zuur is, in % MgO (m/m)
  - $C_m$  de concentratie aan magnesium in de monsteroplossing is, in  $\mu\text{g Mg/ml}$
  - $C_b$  de concentratie aan magnesium in de blanco-oplossing is, in  $\mu\text{g Mg/ml}$
  - $F$  de omrekeningsfactor van Mg naar MgO is. Deze bedraagt 1,658
  - $D$  de verdunningsfactor is, rekening houdend met de opeenvolgende stappen waarbij het extract verdund wordt tot de meetoplossing
  - $v_e$  het volume van het extract is, in ml
  - $m$  de massa van het analysemonster is, in g
-



## 6.5. Essai à blanc

Effectuer pour chaque série de déterminations un essai à blanc avec les réactifs seuls. Tenir compte du résultat de cet essai pour le calcul du résultat final.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en magnésium soluble dans les acides minéraux, exprimée en pour cent en masse d'oxyde de magnésium (MgO), selon la formule suivante:

$$W_{MgO} = \frac{(C_m - C_b) \cdot f \cdot D \cdot V_e}{m \cdot 10^6} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

$W_{MgO}$  est la teneur en magnésium soluble dans les acides minéraux en % MgO (m/m)

$C_m$  est la concentration en magnésium de la solution à mesurer en  $\mu\text{g Mg/ml}$

$C_b$  est la concentration en magnésium de la solution témoin en  $\mu\text{g Mg/ml}$

$F$  est le facteur de conversion du Mg en MgO. Celui-ci s'élève à 1,658

$D$  est le facteur de dilution compte tenu des étapes successives de dilution de l'extrait en solution à mesurer

$v_e$  est le volume de l'extrait en ml

$m$  est la masse de l'échantillon à analyser en g

**Methode BNL-Mg-2 :****Bepaling van magnesium, oplosbaar in water****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan magnesium oplosbaar in water in alle producten die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

De magnesiumverbindingen in het analysemonster worden met water in oplossing gebracht. Eventueel aanwezige organische stof wordt met waterstofperoxyde verwijderd, waarna het gehalte aan magnesium met behulp van atoomabsorptiespectrometrie wordt bepaald.

**3. Reagentia en hulpmiddelen****3.1. Zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$** 

Verdun 1 volumedeel zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) met 1 volumedeel water.

**3.2. Zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$** 

Verdun 1 volumedeel zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) met 23 volumedelen water.

**3.3. Waterstofperoxyde-oplossing,  $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 10 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,11 \text{ g/ml}$ .****3.4. Magnesiumstandaardoplossing van 1,00 mg Mg per ml**

Weeg 10,141 g magnesiumsulfaat heptahydraat ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) of 1,658 g carbonaatvrije magnesiumoxyde ( $\text{MgO}$ ) af in een bekglas van 600 ml. Voeg 100 ml water toe en 85 ml zoutzuur 6 mol/l (3.1). Los op en breng kwantitatief over in een maatkolf van 1000 ml, vul met water aan tot de maatstreep en meng. Een in de handel verkrijgbare standaardoplossing kan eveneens gebruikt worden. Deze dient voor gebruik te worden gecontroleerd.

**Méthode BNL-Mg-2 :****Détermination de la teneur en magnésium soluble dans l'eau****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en magnésium soluble dans l'eau dans tous les produits mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

Les composés magnésiens de l'échantillon à analyser sont mis en solution avec de l'eau. Les matières organiques éventuellement présentes sont éliminées avec de l'eau oxygénée; après quoi, la teneur en magnésium est déterminée par spectrométrie d'absorption atomique.

**3. Réactifs et accessoires****3.1. Acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$** 

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $p_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) avec 1 volume d'eau.

**3.2. Acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$** 

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $p_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ ) avec 23 volumes d'eau.

**3.2. Solution d'eau oxygénée,  $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 10 \text{ mol/l}$ ,  $p_{20} = 1,11 \text{ g/ml}$** **3.4. Solution standard de magnésium à 1,00 mg Mg par ml**

Peser 10,141 g de sulfate de magnésium heptahydraté ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) ou 1,658 g d'oxyde de magnésium exempt de carbonates (MgO) dans un bécher de 600 ml. Ajouter 100 ml d'eau et 85 ml d'acide chlorhydrique à 6 mol/l (3.1.). Dissoudre et transvaser quantitativement dans un ballon jaugé de 1000 ml, porter la solution au trait avec de l'eau et mélanger. On peut également utiliser une solution standard disponible dans le commerce. Celle-ci doit être contrôlée avant usage.

**3.5. Strontiumchlorideoplossing van ca 5 % (m/v) Sr**

Los 75 gram strontiumchloridehexahydraat ( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) op in zoutzuur 0,5 mol/liter (3.2), vul met dezelfde zoutzuuroplossing aan tot 500 ml, en meng.

**4. Apparatuur**

4.1. Elektrische verwarmingsplaat met instelbare temperatuur

4.2. Atoomabsorptiespectrometer met magnesiumlamp, ingesteld op 285,2 nm  
Gebruik een lucht/acetylenevlam. Voor de instellingen van het toestel en het uitvoeren van de metingen dienen de aanbevelingen van de fabricant strikt nageleefd te worden.

**5. Bereiding van het analysemonster**

Zie Hoofdstuk I.

**6. Werkwijze****6.1. Extractie**

Weeg, op 1 mg nauwkeurig, ongeveer 5 gram analysemonster af en breng dit in een bekersglas van 600 ml. Voeg ongeveer 400 ml water toe. Dek af met een horlogeglas, breng de vloeistof voorzichtig aan de kook en laat gedurende 30 minuten koken. Let op voor schuimvorming. Koel af en roer nu en dan. Spoel het horlogeglas met water af en breng het geheel kwantitatief over in een maatkolf van 500 ml. Vul aan met water tot de maatstreep, meng en filtreer.

**6.2. Bereiding van de oplossing voor de eigenlijke bepaling****6.2.1. Bij afwezigheid van organische stof**

Verdun het extract (6.1) met zoutzuur 0,5 mol/liter (3.2) tot een concentratie die ligt binnen het optimale meetgebied van de spectrometer (4.2). De uiteindelijke meetoplossing moet 0,5 % (m/v) strontium (3.5) bevatten.

- 3.5. Solution de chlorure de strontium à environ 5 % (m/v) de Sr  
Dissoudre 75 g de chlorure de strontium hexahydraté ( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l (3.2), porter à 500 ml avec la même solution d'acide chlorhydrique et mélanger.

#### 4. Appareillage

- 4.1. Plaque chauffante électrique à température réglable
- 4.2. Spectromètre d'absorption atomique avec lampe au magnésium, réglé à 285,2 nm.  
Utiliser une flamme air/acétylène. Pour le réglage de l'appareil et la réalisation des mesures, il y a lieu de respecter rigoureusement les recommandations du fabricant.

#### 5. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

#### 6. Mode opératoire

##### 6.1. Extraction

Peser à 1 mg près environ 5 g de l'échantillon à analyser et verser dans un bécher de 600 ml. Ajouter environ 400 ml d'eau. Couvrir d'un verre de montre, porter le liquide prudemment à ébullition et laisser bouillir pendant 30 minutes. Faire attention à la formation de mousse. Laisser refroidir et agiter de temps à autre. Rincer le verre de montre avec de l'eau et transvaser le tout quantitativement dans un ballon jaugé de 500 ml. Porter au trait avec de l'eau, mélanger et filtrer.

##### 6.2. Préparation de la solution pour la détermination proprement dite

###### 6.2.1. En l'absence de matières organiques

Diluer l'extrait (6.1.) avec de l'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l (3.2.) jusqu'à l'obtention d'une concentration se situant dans le champ de mesure optimal du spectromètre (4.2.). La solution finale à mesurer doit contenir 0,5 % (m/v) de strontium (3.5.).

### 6.2.2. Bij aanwezigheid van organische stof

Verdun het extract (6.1) met zoutzuur 0,5 mol/l (3.2) tot een concentratie die ongeveer 10 maal hoger is dan aangegeven door het optimale meetgebied van de spectrometer (4.2). Pipetteer vervolgens 25 ml verdund extract in een bekersglas van 100 ml en voeg 5 ml waterstofperoxyde-oplossing (3.3) toe. Bedek met een horlogeglas en laat het oxydatieproces gedurende ongeveer 1 uur bij kamertemperatuur verlopen. Breng de oplossing daarna geleidelijk aan de kook en laat gedurende een half uur zacht koken. Voeg, indien nodig, nogmaals 5 ml waterstofperoxyde-oplossing toe om de resterende organische verbindingen verder af te breken en kook opnieuw gedurende een half uur. Koel de oplossing af, spoel het horlogeglas met water af en breng het geheel kwantitatief over in een maatkolf van 50 ml. Vul met water aan tot de maatstreep, meng en filtreer indien nodig. Verdun vervolgens de oplossing 5 maal met zoutzuur 0,5 mol/l (3.2). De uiteindelijke meetoplossing moet 0,5 % (m/v) strontium (3.5) bevatten.

### 6.3. Calibratiecurve

Verdun de standaardoplossing van 1,00 mg Mg/ml (3.4) met zoutzuur 0,5 mol/l (3.2) voor de bereiding van tenminste 5 ijkoplossingen met oplopende concentratie, waarbij de concentraties liggen binnen het optimale meetgebied van de spectrometer (4.2). Deze oplossingen moeten 0,5 % (m/v) strontium (3.5) bevatten.

### 6.4. Eigenlijke bepaling

Stel de spectrometer (4.2) in voor meting bij 285,2 nm. Verstuf achtereenvolgens de ijkoplossingen (6.3), de monsteroplossing (6.2) en de blanco-oplossing (6.5). Spoel de spectrometer met water en met de oplossing die daarna wordt gemeten. Teken de calibratiecurve door voor elk van de ijkoplossingen op de y-as het resultaat van de meting met de spectrometer uit te zetten en op de x-as de overeenkomstige magnesiumconcentraties, uitgedrukt in  $\mu\text{g Mg per ml}$ . Bereken met behulp van de calibratiecurve de magnesiumconcentratie van de monsteroplossing,  $C_m$ , en van de blanco-oplossing,  $C_b$ .

#### 6.2.2. En présence de matières organiques

Diluer l'extrait (6.1.) avec de l'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l (3.2.) jusqu'à l'obtention d'une concentration environ 10 fois supérieure à celle indiquée par le champ de mesure optimal du spectromètre (4.2.). Introduire ensuite à l'aide d'une pipette 25 ml d'extrait dilué dans un bêcher de 100 ml et ajouter 5 ml d'une solution d'eau oxygénée (3.3.). Couvrir d'un verre de montre et laisser le processus d'oxydation s'opérer pendant environ 1 heure à température ambiante. Porter ensuite progressivement la solution à ébullition et laisser bouillir à feu doux pendant une demi-heure. Ajouter si nécessaire encore 5 ml d'une solution d'eau oxygénée pour poursuivre la destruction des composés organiques subsistants et faire bouillir à nouveau pendant une demi-heure. Laisser refroidir la solution, rincer le verre de montre avec de l'eau et transvaser le tout quantitativement dans un ballon jaugé de 50 ml. Porter au trait avec de l'eau, mélanger et filtrer si nécessaire. Diluer ensuite 5 fois la solution avec de l'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l (3.2.). La solution finale à mesurer doit contenir 0,5 % (m/v) de strontium (3.5.).

#### 6.3. Courbe de calibrage

Diluer la solution standard à 1,00 mg Mg/ml (3.4.) avec de l'acide chlorhydrique à 0,5 mol/l (3.2.) pour la préparation d'au moins 5 solutions d'étalonnage de concentration croissante, les concentrations se situant dans le champ de mesure optimal du spectromètre (4.2.). Ces solutions doivent contenir 0,5 % (m/v) de strontium (3.5.).

#### 6.4. Détermination proprement dite

Régler le spectromètre (4.2.) à 285,2 nm pour la détermination. Pulvériser successivement les solutions d'étalonnage (6.3.), la solution à mesurer (6.2.) et la solution témoin (6.5.). Rincer chaque fois le spectromètre avec de l'eau et avec la solution mesurée ensuite. Tracer la courbe de calibrage en plaçant pour chacune des solutions d'étalonnage le résultat de la détermination avec le spectromètre sur l'axe y et les concentrations de magnésium correspondantes, exprimées en  $\mu\text{g Mg par ml}$ , sur l'axe x. Calculer à l'aide de la courbe de calibrage la concentration en magnésium de la solution à mesurer,  $C_m$ , et de la solution témoin,  $C_b$ .

### 6.5. Blancobepaling

Verricht voor elke serie bepalingen een blancobepaling met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan magnesium, oplosbaar in water, uitgedrukt in massaprocenten magnesiumoxyde (MgO), met behulp van de volgende formule :

$$w_{\text{MgO}} = \frac{(C_m - C_b) \cdot f \cdot D \cdot v_e}{m \cdot 10^6} \cdot 100 \%$$

waarin :

- $w_{\text{MgO}}$  het gehalte aan magnesium oplosbaar in water is, in % MgO (m/m)
  - $C_m$  de concentratie aan magnesium in de monsteroplossing is, in  $\mu\text{g Mg/ml}$
  - $C_b$  de concentratie aan magnesium in de blanco-oplossing is, in  $\mu\text{g Mg/ml}$
  - $F$  de omrekeningsfactor van Mg naar MgO is. Deze bedraagt 1,658
  - $D$  de verdunningsfactor is, rekening houdend met de opeenvolgende stappen waarbij het extract verdund wordt tot de meetoplossing
  - $v_e$  et volume van het extract is, in ml
  - $m$  e massa van het analysemonster is, in g
-



## 6.5. Essai à blanc

Effectuer pour chaque série de déterminations un essai à blanc avec les réactifs seuls. Tenir compte du résultat de cet essai pour le calcul du résultat final.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en magnésium soluble dans l'eau, exprimée en pour cent en masse d'oxyde de magnésium (MgO), selon la formule suivante:

$$W_{\text{MgO}} = \frac{(C_m - C_b) \cdot f \cdot D \cdot v_e}{m \cdot 10^6} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

- $W_{\text{MgO}}$  est la teneur en magnésium soluble dans l'eau en % MgO (m/m)  
 $C_m$  est la concentration en magnésium de la solution à mesurer en  $\mu\text{g Mg/ml}$   
 $C_b$  est la concentration en magnésium de la solution témoin en  $\mu\text{g Mg/ml}$   
 $f$  est le facteur de conversion de Mg en MgO. Celui-ci s'élève à 1,658  
 $D$  est le facteur de dilution compte tenu des étapes successives de dilution de l'extrait en solution à mesurer  
 $v_e$  est le volume de l'extrait en ml  
 $m$  est la masse de l'échantillon à analyser en g
-

**Methode BNL-CI-1 :****Bepaling van chloor****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan chloor afkomstig van chloriden in alle producten die zijn opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Chloriden worden met water in oplossing gebracht. Na aanzuren met salpeterzuur wordt het chloride-ion getitreerd met een oplossing van zilvernitraat, waarbij het eindpunt van de titratie potentiometrisch wordt bepaald.

**3. Reagentia en hulpmiddelen****3.1. Actieve koolpoeder****3.2. Carrez-I oplossing**

Los 219 g zinkacetaat dihydraat ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) op in water, voeg 30 g azijnzuur,  $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 100\%$ ,  $\rho_{20} = 1,05 \text{ g/ml}$ , toe en vul met water aan tot 1 liter, en meng.

**3.3. Carrez-II oplossing**

Los 106 g kaliumhexacyanoferraat trihydraat ( $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) op in 1 liter water.

**3.4. Salpeterzuur,  $c(\text{HNO}_3) = 7 \text{ mol/l}$** 

Meng 1 volumedeel salpeterzuur,  $c(\text{HNO}_3) = 14 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$ , met 1 volumedeel water.

**3.5. Standaard zilvernitraatoplossing,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ , gesteld tot op  $0,0001 \text{ mol/l}$ .** Het gebruik van een commercieel verkrijgbare oplossing is aanbevolen.

**3.6. Kaliumchloride (KCl)**

**Méthode BNL-CI-1 : Détermination de la teneur en chlore****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en chlore de tous les produits repris dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

Les chlorures sont dissous dans de l'eau. Après acidification par l'acide nitrique, l'ion chlorure est titré avec une solution de nitrate d'argent et le titrage final est déterminé par potentiométrie.

**3. Réactifs et accessoires****3.1. Charbon actif en poudre****3.2. Solution Carrez I**

Dissoudre 219 g d'acétate de zinc dihydraté ( $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$ ) dans de l'eau, ajouter 30 g d'acide acétique,  $c(CH_3COOH) = 1,05 \text{ g/ml}$ , porter à 1 l et mélanger.

**3.3. Solution Carrez II**

Dissoudre 106 g de ferrocyanure de potassium trihydraté ( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ) dans 1 l d'eau.

**3.4. Acide nitrique,  $c(HNO_3) = 7 \text{ mol/l}$** 

Mélanger 1 volume d'acide nitrique,  $c(HNO_3) = 14 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,40 \text{ g/ml}$  à 1 volume d'eau.

**3.5. Solution de nitrate d'argent,  $c(AgNO_3) = 0,1 \text{ mol/l}$ , portée à  $0,0001 \text{ mol/l}$** 

L'utilisation d'une solution commerciale est recommandée.

**3.6. Chlorure de potassium (KCl)**

**4. Apparatuur**

- 4.1. Roteerapparaat met een snelheid van 35 à 40 omwentelingen per minuut
- 4.2. Potentiometer voorzien van een meet- en een referentie-elektrode, geschikt voor de potentiometrische titratie van chloride met zilvernitraat
- 4.3. Automatische zuigerburet van bruin glas, afleesbaar tot op 0.05 ml
- 4.4. Magnetische roerder

**5. Bereiding van het analysemonster**

Zie hoofdstuk I.

**6. Werkwijze****6.1. Extractie bij afwezigheid van organische stof**

Breng 5 g analysemonster, tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen, in een maatkolf van 250 ml, voeg 200 ml water toe en extraheer gedurende een half uur met behulp van een roteerapparaat (4.1). Vul aan met water, meng en filtreer.

**6.2. Extractie bij aanwezigheid van organische stof**

Breng 5 g analysemonster, tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen, in een maatkolf van 250 ml. Voeg ca. 1 g actieve kool (3.1) en 200 ml water toe en zwenk om. Voeg 5 ml Carrez-I oplossing (3.2) toe, zwenk om en voeg vervolgens 5 ml Carrez-II oplossing (3.3) toe. Extraheer gedurende een half uur met behulp van een roteerapparaat (4.1). Vul aan met water, meng en filtreer.

**6.3. Titratie**

Pipetteer een aliquot van het bij 6.1 of 6.2 verkregen filtraat, dat niet meer dan 50 mg Cl bevat, in een bekeerglas van 250 ml, voeg 5 ml salpeterzuur (3.4) toe en meng. Titreer de inhoud van het bekeerglas met de zilvernitraatoplossing (3.5) onder voortdurend roeren, totdat het eindpunt bijna is bereikt. Titreer daarna behoedzaam verder totdat het potentiaalverschil dat het eindpunt aangeeft is bereikt.

**4. Appareillage**

- 4.1. Agitateur rotatif réglable à une vitesse de 35 à 40 tours par minute
- 4.2. Potentiomètre muni d'une électrode indicatrice et d'une électrode de référence, permettant le titrage par potentiométrie à l'aide de nitrate d'argent
- 4.3. Burette automatique en verre brun, division 0,05 ml
- 4.4. Agitateur magnétique

**5. Préparation de l'échantillon**

Voir Chapitre I.

**6. Mode opératoire****6.1. Extraction en l'absence de substance organique**

Introduire 5 g de l'échantillon à analyser, pesés à 1 mg près, dans un ballon jaugé de 250 ml, ajouter 200 ml d'eau et extraire pendant une demi-heure à l'aide d'un agitateur rotatif (4.1.). Compléter avec de l'eau, mélanger et filtrer.

**6.2. Extraction en présence d'une substance organique**

Introduire 5 g de l'échantillon à analyser, pesés à 1 mg près, dans un ballon jaugé de 250 ml. Ajouter ca. 1 g de charbon actif (3.1.) et 200 ml d'eau et agiter. Ajouter 5 ml de la solution Carrez I (3.2.), agiter et ajouter ensuite 5 ml de la solution Carrez II (3.3.). Pratiquer l'extraction pendant une demi-heure à l'aide d'un agitateur rotatif (4.1.). Compléter avec de l'eau, mélanger et filtrer.

**6.3. Titrage**

Introduire à la pipette une partie aliquote du filtrat obtenu sous 6.1. ou 6.2., ne contenant pas plus de 50 mg de Cl, dans un bécher de 250 ml, ajouter 5 ml d'acide nitrique (3.4.) et mélanger. Titrer le contenu du bécher avec la solution de nitrate d'argent (3.5.) sous agitation constante, jusqu'à ce que le point final soit presque atteint. Poursuivre ensuite prudemment le titrage jusqu'à ce que la différence de potentiel indique que le point final est atteint.

#### 6.4. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling op identieke wijze als voor het monster, met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

#### 7. Berekening

Bereken het gehalte aan chloor afkomstig van chloriden en uitgedrukt in massaprocenten chloor (Cl), met behulp van de volgende formule :

$$w_{\text{Cl}} = \frac{(v_m - v_b) \cdot t \cdot v_e \cdot 35,5}{m \cdot v_a \cdot 1000} \cdot 100 \%$$

waarin:

- $w_{\text{Cl}}$  het gehalte aan chloor is afkomstig van chloriden, in % Cl (m/m)
- $v_m$  het volume van de zilvernitraatoplossing is, verbruikt bij de monsteranalyse, in ml
- $v_b$  het volume van de zilvernitraatoplossing is, verbruikt bij de blanco-analyse, in ml
- $t$  de molariteit van de zilvernitraatoplossing is, in mol/l
- $v_e$  het volume van de extractieoplossing is, in ml
- $m$  de massa van het analysemonster is, in g
- $v_a$  het volume van het aliquot van het filtraat is, in ml

#### 8. Controle van de methode

Controleer de resultaten door analyse van kaliumchloride. Bereid hiertoe een oplossing van kaliumchloride (3.6) met een concentratie van 5,0 g per liter. Pipetteer van deze oplossing 20 ml in een bekersglas van 250 ml, voeg ca. 100 ml water en 5 ml salpeterzuur (3.4) toe en meng. Handel verder zoals beschreven onder 6.3 (vanaf "Titreer de inhoud van het bekersglas ...").

#### 6.4. Essai à blanc

Faire un essai à blanc de la même façon que pour l'échantillon, mais seulement avec des réactifs. Tenir compte du résultat de cet essai lors du calcul du résultat final.

#### 7. Calcul

Calculer la teneur en chlore exprimée en pour cent de masse de chlore (Cl) en se servant de la formule suivante :

$$w_{Cl} = \frac{(v_m - v_b) \cdot t \cdot v_e \cdot 35,5}{m \cdot v_a \cdot 1000} \cdot 100 \%$$

où :

- $w_{Cl}$  la teneur en chlore, en % Cl (m/m)
- $v_m$  le volume de la solution de nitrate d'argent utilisé pour l'analyse de l'échantillon, en ml
- $v_b$  le volume de la solution de nitrate d'argent utilisé pour l'essai à blanc, en ml
- $t$  la molarité de la solution de nitrate d'argent, en mol/l
- $v_e$  le volume de la solution d'extraction, en ml
- $m$  la masse de l'échantillon à analyser, en g
- $v_a$  le volume de la partie aliquote du filtrat, en ml

#### 8. Contrôle de la méthode

Contrôler les résultats par l'analyse du chlorure de potassium. Préparer à cette fin une solution de chlorure de potassium (3.6.) d'une concentration de 5,0 g par litre. Introduire à la pipette 20 ml de cette solution dans un bécher de 250 ml, ajouter env. 100 ml d'eau et 5 ml d'acide nitrique (3.4.) et mélanger. Poursuivre comme décrit sous 6.3. (à partir de "Titre le contenu du bécher ...").

## HOOFDSTUK IV

### BEPALING VAN DE ZUURBINDENDE WAARDE, CALCIUM EN HET BASENEQUIVALENT

#### Methode BNL-Ca-1 :

#### Bepaling van de neutraliserende waarde

##### 1. Doel en toepassingsgebied

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van de neutraliserende waarde. De algemene methode is toepasbaar voor de producten, opgenomen in hoofdstuk II van Bijlage I van de Reglementering.

Varianten van deze methode worden beschreven voor cacao-afval, opgenomen in hoofdstuk III van Bijlage I van de Reglementering, en voor de kalkproducten die meer dan 3 % fosforzuuranhydride ( $P_2O_5$ ) bevatten.

##### 2. Principe

Een waterige suspensie van het monster wordt gekookt met een bekende en meer dan voldoende hoeveelheid getitreerd zoutzuur. Door terugtitratie van de overmaat zuur wordt het gehalte aan basische bestanddelen in het monster bepaald. De neutraliserende waarde wordt uitgedrukt door een geheel getal dat overeenkomt met het gehalte aan calciumoxide ( $CaO$ ), uitgedrukt in massaprocenten.

Producten die organische stof bevatten worden van tevoren verast. Producten die aanzienlijke hoeveelheden fosfaten bevatten, worden voorbehandeld door de fosfaten met ijzeracetaat neer te slaan, en het neerslag te verwijderen.

##### 3. Reagentia en hulpmiddelen

###### 3.1. Zoutzuuroplossing, $c(HCl) = 1 \text{ mol/l}$

Verdun voorzichtig 83 ml geconcentreerd zoutzuur,  $c(HCl) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ kg/l}$ , tot 1000 ml in een maatkolf. Bepaal de exacte concentratie door titratie met de natriumhydroxide-oplossing van  $0,1 \text{ mol/l}$  (3.2) t.o.v. de broomthymolblauw-indicator (3.4).



## CHAPITRE IV

## DETERMINATION DE LA VALEUR NEUTRALISANTE, DU CALCIUM ET DE L'EQUIVALENT-BASE

**Méthode BNL-Ca-1 :**  
**Détermination de la valeur neutralisante****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la valeur neutralisante. La méthode générale est applicable aux produits figurant au chapitre II de l'annexe I de la Réglementation. Des variantes de cette méthode sont décrites pour les déchets de cacao figurant au chapitre III de l'annexe I de la Réglementation et pour les produits calcaires contenant plus de 3% d'anhydride phosphorique ( $P_2O_5$ ).

**2. Principe**

Une suspension aqueuse de l'échantillon est portée à ébullition avec un volume connu et plus que suffisant d'acide chlorhydrique titré. La teneur en constituants basiques est déterminée par titrage en retour de l'excès d'acide. La valeur neutralisante est exprimée par un nombre entier qui correspond à la teneur en oxyde de calcium (CaO) exprimée en pour cent de la masse.

Les produits contenant une matière organique sont préalablement calcinés. Les produits contenant des quantités considérables de phosphates sont soumis à un traitement préalable prévoyant la précipitation des phosphates à l'aide d'acétate ferrique et l'élimination du précipité.

**3 Réactifs et accessoires****3.1. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(HCl) = 1 \text{ mol/l}$** 

Diluer prudemment 83 ml d'acide chlorhydrique concentré,  $c(HCl) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $P_{20} = 1,19 \text{ kg/l}$ , jusqu'à l'obtention de 1000 ml dans un ballon jaugé. Déterminer la concentration exacte en effectuant le titrage à l'aide de la solution d'hydroxyde de sodium à  $0,1 \text{ mol/l}$  (3.2) par rapport à l'indicateur bleu de bromothymol (3.4).

3.2. Natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ 

Weeg 4 g carbonaatvrije natriumhydroxide ( $\text{NaOH}$ ) af in een maatkolf van 1000 ml. Los op in water, vul aan tot de maatstreep en homogeniseer. Bewaar in een polyethyleenfles en vermijd onnodige blootstelling aan de lucht. Bepaal de exacte concentratie door de hierna beschreven werkwijze te volgen :

Weeg 0,5 g watervrij kaliumwaterstofftalaat ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ), nauwkeurig tot op 1 mg, af in een erlenmeyer van 300 ml. Voeg 50 ml water toe en los op door omzwenken. Voeg 3 druppels fenolftaleïne-indicatoroplossing (3.3) toe en titreer met de te stellen natriumhydroxide-oplossing. De concentratie wordt gegeven door de volgende formule :

$$c(\text{NaOH}) = \frac{4,895 \cdot m}{v}$$

waarin :

$c_{(\text{NaOH})}$  de concentratie van de natriumhydroxide-oplossing is, in mol/l

$m$  de massa van het afgewogen kaliumwaterstofftalaat is, in g

$v$  het volume van de verbruikte natriumhydroxide-oplossing is, in ml

## 3.3. Fenolftaleïne-indicatoroplossing

Los 0,1 g fenolftaleïne op in 60 ml ethanol ( $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96 \%$ ) en vul aan met water tot 100 ml.

## 3.4. Broomthymolblauw-indicatoroplossing

Wrijf 0,5 g broomthymolblauw aan in 8 ml natriumhydroxide-oplossing (3.2), los op in water en vul met water aan tot 500 ml.

3.5. Azijnzuuroplossing,  $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 20 \%$  v/v

Meng 1 volumedeel azijnzuur,  $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 100 \%$ ,  $\rho_{20} = 1,05 \text{ kg/l}$  met 4 volumedelen water.

3.2. Solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

Verser 4 g d'hydroxyde de sodium exempt de carbonate ( $\text{NaOH}$ ) dans un ballon jaugé de 1000 ml. Dissoudre dans l'eau, porter au trait et homogénéiser. Conserver cette solution dans un flacon en polyéthylène et éviter toute exposition inutile à la lumière. Déterminer la concentration exacte en suivant le mode opératoire décrit ci-dessous :

Introduire 0,5 g d'hydrogénophthalate de potassium sec ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ), pesé à 1 mg près, dans un Erlenmeyer de 300 ml. Ajouter 50 ml d'eau et dissoudre en agitant. Ajouter 3 gouttes de la solution de l'indicateur phénolphtaléine (3.3) et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium à déterminer. La concentration découle de la formule suivante :

$$c(\text{NaOH}) = \frac{4,895 \cdot m}{v}$$

dans laquelle :

$c(\text{NaOH})$  est la concentration de la solution d'hydroxyde de sodium, en mol/l

$m$  est la masse de l'hydrogénophthalate de potassium pesé, en g

$v$  est le volume de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée, en ml

3.3. Solution de l'indicateur phénolphtaléine

Dissoudre 0,1 g de phénolphtaléine dans 60 ml d'éthanol ( $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96\%$ ) et porter à 100 ml avec de l'eau.

3.4. Solution de l'indicateur bleu de bromothymol

Triturer 0,5 g de bleu de bromothymol avec 8 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2), dissoudre dans l'eau et porter à 500 ml avec de l'eau.

3.5. Solution d'acide acétique,  $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 20 \% \text{ v/v}$

Mélanger 1 volume d'acide acétique,  $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 100 \%$ ,  $\rho_{20} = 1,05 \text{ kg/l}$  avec 4 volumes d'eau.

- 3.6. Ferriacetaatoplossing,  $c(\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_3) = 1\% \text{ m/v}$  ;  
Los 1 g ferriacetaat ( $\text{Fe}(\text{III}) (\text{CH}_3\text{COO})_3$ ) op in 100 ml water. Schud voor gebruik.
- 3.7. Verdunde ammoniak,  $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 6,5 \text{ mol/l}$   
Meng voorzichtig 1 volumedeel geconcentreerde ammoniak,  $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 13 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 0,91 \text{ kg/l}$ , met 1 volumedeel water.
- 3.8. Methylrood-indicatoroplossing  
Los 0,1 g methylrood op in 60 ml ethanol ( $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96\%$ ) en vul aan met water tot 100 ml.
- 3.9. Neutrale ammoniumacetaatoplossing,  $c(\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}) = 0,5 \text{ mol/l}$   
Los 38,5 g ammoniumacetaat ( $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ ) op in 800 ml water. Breng de pH op 7,0 met behulp van de pH meter, door druppelsgewijze toediening van azijnzuuroplossing (3.5) of ammoniak (3.7). Spoel over in een maatkolf van 1 l, vul met water aan tot de maatstreep, en homogeniseer.
- 3.10. Calciumcarbonaat ( $\text{CaCO}_3$ ), watervrij

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Maatkolf van 200 ml, uitgerust met een terugvloeiakoeler
- 4.2. pH meter, uitgerust met glaselectrode en referentie-electrode  
Calibreer de meter volgens de aanwijzingen van de fabrikant met daarvoor geschikte buffers.
- 4.3. Elektrische mofeloven, ingesteld op  $575^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$
- 4.4. Kroesje van platina, porcelein of kwarts, capaciteit ca. 50 ml
- 4.5. Beker of schaal van hittebestendig glas, capaciteit ca. 100 ml

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie hoofdstuk I.

- 3.6. Solution d'acétate ferrique,  $c(\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_3) = 1\% \text{ m/v}$   
Dissoudre 1 g d'acétate ferrique ( Fe(III)  $(\text{CH}_3\text{COO})_3$ ) dans 100 ml d'eau.  
Agiter avant utilisation.
- 3.7. Ammoniaque dilué,  $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 6,5 \text{ mol/l}$   
Mélanger prudemment 1 volume d'ammoniaque concentré,  $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 13 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 0,91 \text{ kg/l}$ , avec un volume d'eau.
- 3.8. Solution de l'indicateur rouge de méthyle  
Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 60 ml d'éthanol ( $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96\%$ ) et porter à 100 ml avec de l'eau.
- 3.9. Solution d'acétate d'ammonium neutre,  $c(\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}) = 0,5 \text{ mol/l}$   
Dissoudre 38,5 g d'acétate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ ) dans 800 ml d'eau.  
Porter le pH à 7,0 au moyen du pH-mètre en versant goutte à goutte une solution de l'acide acétique (3.5) ou de l'ammoniaque (3.7). Transvaser la solution dans un ballon jaugé de 1 l, porter au trait avec de l'eau et homogénéiser.
- 3.10. Carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), anhydre

#### 4. Appareillage

- 4.1. Ballon jaugé de 200 ml, muni d'un réfrigérant à reflux
- 4.2. pH-mètre muni d'une électrode en verre et d'une électrode de référence  
Calibrer le mètre avec les tampons adéquats suivant les indications du fabricant.
- 4.3. Four à moufle électrique, réglé à la température de  $575^\circ \text{C} \pm 25^\circ \text{C}$
- 4.4. Creuset en platine, porcelaine ou quartz d'une capacité d'env. 50 ml
- 4.5. Bécher ou capsule en verre thermorésistant d'une capacité d'env. 100 ml

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir chapitre I.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Algemene werkwijze

Weeg 1 g van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig en breng dit met 50 ml water over in een maatkolf van 200 ml (4.1). Pipetteer daarbij 40 ml van de zoutzuuroplossing (3.1), meng, en breng aan de kook onder terugvloei-coeling. Kook vervolgens zacht gedurende 30 minuten, onder voortdurende terugvloei-coeling. Koel af tot kamertemperatuur, vul met water aan tot de maatstreep, homogeniseer en filtreer.

Pipetteer 50 ml van het filtraat in een erlenmeyer van 300 ml, voeg 5 druppels broomthymolblauw-indicatoroplossing (3.4) toe en titreer de overmaat zuur met de natriumhydroxide-oplossing (3.2), totdat de ontstane blauwe kleur gedurende 1 minuut blijft bestaan.

#### Opmerking

*Bij sommige produkten kan geen duidelijk omslagpunt van de indicator waargenomen worden. In deze gevallen dient men te titreren met behulp van een pH meter (4.2), tot een pH van 6,8 bereikt wordt.*

### 6.2. Werkwijze voor produkten die organische stof bevatten

Weeg 2 à 5 g van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig en breng dit in een kroes (4.4). Plaats deze in een koude moffeloven (4.3) en verhit tot 550° C, tot volledige verassing van het monster. Laat afkoelen en spoel de as met ca. 50 ml water over in een maatkolf van 200 ml (4.1). Vervolg zoals beschreven in de algemene werkwijze (6.1).

### 6.3. Werkwijze voor produkten die meer dan 3 % P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> bevatten

Weeg 0,5 g van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig en breng dit in een bekersglas van 300 ml. Bevochtig met ca. 10 ml water. Voeg 50 ml azijnzuuroplossing (3.5) toe en kook zachtjes gedurende 5 minuten onder herhaald omzwenken. Damp vervolgens in tot droog op een kokend waterbad. Voeg daarna opnieuw 20 ml azijnzuuroplossing (3.5) toe, 50 ml water, en 2 ml ferriacetaatoplossing (3.6). Verhit tot koken, en neutraliseer langzaam met verdunde ammonia (3.7) tot juist geel in aanwezigheid van enkele druppels methylrood-indicatoroplossing (3.8).

## 6. Mode opératoire

### 6.1. Méthode générale

Peser 1 g de l'échantillon à analyser à 1 mg près et l'introduire avec 50 ml d'eau dans un ballon jaugé de 200 ml (4.1). Ajouter à la pipette 40 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1), mélanger et porter à ébullition sous réfrigérant à reflux. Chauffer ensuite sur feu doux durant 30 minutes, toujours sous réfrigérant à reflux. Laisser refroidir à température ambiante, porter au trait avec de l'eau, homogénéiser et filtrer.

Introduire à la pipette 50 ml du filtrat dans un Erlenmeyer de 300 ml, ajouter 5 gouttes de la solution de l'indicateur bleu de bromothymol (3.4) et titrer l'excès d'acide avec la solution d'hydroxyde de sodium (3.2) jusqu'à l'obtention d'une coloration bleue persistant une minute.

#### Observation

*Pour certains produits, il n'est pas possible d'observer un virage net de l'indicateur. Il convient dans ces cas de titrer au moyen d'un pH-mètre (4.2) jusqu'à l'obtention d'un pH 6,8.*

### 6.2. Méthode pour les produits contenant des matières organiques

Peser 2 à 5 mg de l'échantillon à 1 mg près et introduire cette quantité dans un creuset (4.4). Placer celui-ci dans un four à moufle froid (4.3) et porter la température à 550° C jusqu'à calcination complète de l'échantillon. Après refroidissement, les cendres sont transvasées avec env. 50 ml d'eau dans un ballon jaugé de 200 ml (4.1). Poursuivre comme décrit dans la méthode générale (6.1).

### 6.3. Méthode pour les produits contenant plus de 3 % de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Peser 0,5 g de l'échantillon à 1 mg près et introduire cette quantité dans un bécher de 300 ml. Humecter avec env. 10 ml d'eau. Ajouter 50 ml de la solution d'acide acétique (3.5) et chauffer à feu doux durant 5 minutes sous agitation répétée. Ensuite évaporer à sec au bain-marie bouillant.

Ajouter ensuite à nouveau 20 ml de la solution d'acide acétique (3.5), 50 ml d'eau et 2 ml de la solution d'acétate ferrique (3.6). Porter à ébullition et neutraliser lentement avec de l'ammoniaque dilué (3.7) exactement jusqu'à l'obtention d'une coloration jaune en présence de quelques gouttes de la solution de l'indicateur rouge de méthyle (3.8).

Verhit nog zachtjes gedurende 10 minuten, filtreer, en was het bekeerglas en het neerslag driemaal uit met 5 ml ammoniumacetaatoplossing (3.9). Vang filtraat en wasvloeistof op in een gloeibeker (4.5). Damp voorzichtig in tot droog op een elektrische kookplaat, zodanig dat spatten wordt vermeden. Bevochtig met 25 ml water en damp weer in tot droog. Herhaal deze bewerking en verhit op de kookplaat totdat geen geur van azijnzuur meer merkbaar is. Gloei vervolgens gedurende tenminste 10 minuten in de moffeloven (4.3). Koel af en breng het residu met ca. 50 ml water over in een maatkolf van 200 ml (4.1). Vervolg zoals beschreven in de algemene werkwijze (6.1).

#### 6.4. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling op identieke wijze als voor het monster, met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

### 7. Berekening

Bereken de neutraliserende waarde, uitgedrukt in massaprocenten calciumoxide (CaO) en overeenkomend met het gehalte aan basische bestanddelen, met de volgende formule en rond het resultaat af op een geheel getal :

$$NW = \frac{(v_{bl} - v_m) \cdot c \cdot 11,216}{m}$$

waarin :

NW de neutraliserende waarde is

$v_{bl}$  het volume van de natriumhydroxide-oplossing (3.2) is, in ml, verbruikt bij de titratie van de blanco

$v_m$  het volume van de natriumhydroxide-oplossing (3.2) is, in ml, verbruikt bij de titratie van het monster

c de concentratie van de natriumhydroxide-oplossing (3.2) is, in mol/l

m de massa van het analysemonster is, in g



Chauffer encore 10 minutes à feu doux, filtrer et laver trois fois le b cher et le pr cipit  dans une solution de 5 ml d'ac tate d'ammonium. R cup rer le filtrat et le liquide de lavage dans un b cher de calcination (4.5). Evaporer prudemment   sec sur une plaque chauffante en  vitant les projections. Humecter avec 25 ml d'eau et  vaporer une nouvelle fois   sec. R p ter cette op ration et r chauffer sur la plaque chauffante jusqu'  disparition de l'odeur de l'acide ac tique. Calciner ensuite durant au moins 10 minutes dans un four   moufle (4.3.). Laisser refroidir et transvaser le r sidu avec env. 50 ml d'eau dans un ballon jaug  de 200 ml (4.1). Poursuivre comme d crit dans la m thode g n rale (6.1).

#### 6.4. Essai   blanc

Effectuer un essai   blanc de la m me mani re que pour l' chantillon, uniquement avec les r actifs. Tenir compte du r sultat de cet essai dans le calcul du r sultat final.

### 7. Calcul

Calculer la valeur neutralisante, exprim e en pour cent de la masse d'oxyde de calcium (CaO) et correspondant   la teneur en constituants basiques, selon la formule suivante et arrondir le r sultat   un nombre entier :

$$VN = \frac{(V_{bl} - v_m) \cdot C \cdot 11,216}{m}$$

o  :

VN est la valeur neutralisante

$v_{bl}$  est le volume de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2), en ml, utilis  pour l'essai   blanc

$v_m$  est le volume de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2), en ml, utilis  pour le titrage de l' chantillon

C est la concentration de la solution d'hydroxyde de sodium (3.2), en mol/l

m est la masse de l' chantillon   analyser, en g

**8. Controlebepaling**

Verricht een controlebepaling onder dezelfde omstandigheden, waarbij echter het monster wordt vervangen door eenzelfde hoeveelheid calciumcarbonaat (3.10). De neutraliserende waarde hiervan bedraagt 56.

---

**8. Contrôle de la méthode**

Effectuer l'analyse dans les mêmes conditions en remplaçant toutefois l'échantillon par une même quantité de carbonate de calcium (3.10). La valeur neutralisante de celui-ci est de 56.

---

**Methode BNL-Ca-2 :****Bepaling van calcium oplosbaar in mineraal zuur****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan calcium oplosbaar in mineraal zuur. Deze methode is toepasbaar voor alle producten opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2. Principe**

Het calcium wordt opgelost met kokend verdund zoutzuur, in aanwezigheid van waterstofperoxide om eventueel aanwezige ferrozouten te oxyderen. Een grote overmaat oxalaationen wordt toegevoegd om calcium kwantitatief neer te slaan in zwak zuur milieu. De oxalaationen, aanwezig in het neerslag, worden met kaliumpermanganaat getitreerd. Uit de hoeveelheid kaliumpermanganaat wordt het gehalte aan calcium berekend.

Bij produkten die aanzienlijke hoeveelheden mangaan bevatten, wordt de volgende voorbehandeling toegepast. Na het neerslaan van fosfaten met ferrichloride wordt mangaan met een overmaat kaliumpermanganaat neergeslagen als mangaandioxide. De overmaat kaliumpermanganaat wordt met benzoëzuur gereduceerd en eveneens als mangaandioxide neergeslagen. Na verwijderen van het neerslag wordt calcium volgens de hierboven vermelde werkwijze bepaald.

**3. Reagentia en hulpmiddelen****3.1. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$** 

Meng voorzichtig 1 volumedeel geconcentreerd zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ kg/l}$ , met 1 volumedeel water.

**3.2. Waterstofperoxyde-oplossing,  $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$ ,  $\rho_{20} = 1,11 \text{ kg/l}$** **3.3. Ammoniumoxalaatoplossing,  $c((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 4 \%$  m/v**

Bereid een bij kamertemperatuur verzadigde oplossing van ca. 4 % m/v ammoniumoxalaat  $((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})$  in water en filtreer.

**Méthode BNL-Ca-2 :**  
**Détermination de la teneur en calcium soluble dans un acide minéral**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en calcium soluble dans un acide minéral. Cette méthode s'applique à tous les produits figurant dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

Le calcium est dissout dans de l'acide chlorhydrique dilué bouillant en présence d'eau oxygénée en vue d'oxyder les sels ferreux éventuellement présents. Un excès important d'ions oxalate est ajouté afin de précipiter quantitativement le calcium dans un milieu faiblement acide. Les ions oxalate du précipité sont titrés au moyen de permanganate de potassium, et la teneur en calcium est ensuite calculée à partir de la quantité de permanganate de potassium.

Les produits contenant des quantités importantes de manganèse sont soumis au traitement préalable suivant. Après précipitation des phosphates avec le chlorure ferrique, le manganèse est précipité sous forme de dioxyde de manganèse par un excès de permanganate de potassium. L'excès de permanganate de potassium est réduit par l'acide benzoïque et également précipité sous forme de dioxyde de manganèse. Après élimination du précipité, le calcium est déterminé suivant le mode opératoire décrit ci-dessus.

**3. Réactifs et accessoires**

3.1. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$

Mélanger prudemment 1 volume d'acide chlorhydrique concentré,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ kg/l}$  avec 1 volume d'eau.

3.2. Solution d'eau oxygénée,  $c(\text{H}_2\text{O}_2) = 30 \%$ ,  $\rho_{20} = 1,11 \text{ kg/l}$

3.3. Solution d'oxalate d'ammonium,  $c((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 4 \%$  m/v

Préparer une solution saturée à température ambiante d'oxalate d'ammonium à environ 4 % m/v  $((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O})$  dans l'eau et filtrer.

- 3.4. Ammoniumacetaatoplossing,  $c(\text{NH}_4\text{CH}_3\text{CO}_2) = 1,9 \text{ mol/l}$   
Los 150 g ammoniumacetaat ( $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{CO}_2$ ) op in 1 l water.
- 3.5. Broomfenolblauw-indicatoroplossing  
Wrijf 0,1 g broomfenolblauw (tetrabroomfenolsulfoftaleïne) aan in 1,5 ml natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) =$  van 0,1 mol/l, vul met water aan tot 100 ml, en los op door schudden.
- 3.6. Ammonia,  $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 13 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 0,91 \text{ kg/l}$
- 3.7. Verdunde ammonia,  $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 0,5 \text{ mol/l}$   
Meng 1 volumedeel geconcentreerde ammonia (3.6) met 24 volumedelen water.
- 3.8. Zwavelzuuroplossing,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 1,8 \text{ mol/l}$   
Voeg voorzichtig ca. 50 ml geconcentreerd zwavelzuur,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ kg/l}$ , toe aan 800 ml water. Koel af en vul met water aan tot 1 l, en homogeniseer.
- 3.9. Kaliumpermanganaatoplossing,  $c(\text{KMnO}_4) = 0,02 \text{ à } 0,1 \text{ mol/l}$   
Bereid een oplossing met concentratie tussen 0,02 mol/l en 0,1 mol/l, zodanig dat voor de titratie (6.1) een volume van ongeveer 25 ml wordt verbruikt. Breng hiervoor een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid kaliumpermanganaat ( $\text{KMnO}_4$ ) van 3,2 tot 15,8 g over in een maatkolf van 1000 ml, los op in water, vul aan tot de maatstreep en homogeniseer. Bewaar afgesloten van licht en lucht. Bepaal de exacte concentratie door de hierna beschreven werkwijze te volgen.

- 3.4. Solution d'acétate d'ammonium,  $c(\text{NH}_4\text{CH}_3\text{CO}_2) = 1,9 \text{ mol/l}$   
Dissoudre 150 g d'acétate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{CO}_2$ ) dans 1 l d'eau.
- 3.5. Solution d'indicateur bleu de bromophénol  
Triturer 0,1 g de bleu de bromophénol (sulfophtaléine de tétrabromophénol) avec 1,5 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$ , porter à 100 ml avec de l'eau et dissoudre en agitant.
- 3.6. Ammoniaque,  $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 13 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 0,91 \text{ kg/l}$
- 3.7. Ammoniaque dilué,  $c(\text{NH}_4\text{OH}) = 0,5 \text{ mol/l}$   
Mélanger 1 volume d'ammoniaque concentré (3.6) avec 24 volumes d'eau.
- 3.8. Solution d'acide sulfurique,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 1,8 \text{ mol/l}$   
Ajouter prudemment env. 50 ml d'acide sulfurique concentré,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ kg/l}$ , à 800 ml d'eau. Après refroidissement, porter à 1 l avec de l'eau et homogénéiser.
- 3.9. Solution de permanganate de potassium,  $c(\text{KMnO}_4) = 0,02 \text{ à } 0,1 \text{ mol/l}$   
Préparer une solution d'une concentration se situant entre 0,02 mol/l et 0,1 mol/l de façon à prévoir un volume d'environ 25 ml pour le titrage (6.1). Introduire à cet effet 3,2 à 15,8 g de permanganate de potassium ( $\text{KMnO}_4$ ) pesé à 1 mg près dans un ballon jaugé de 1.000 ml, dissoudre dans l'eau, porter au trait et homogénéiser. Conserver à l'abri de la lumière et de l'air. Déterminer la concentration exacte en suivant la méthode décrite ci-après.

Los 1,6 g, tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen, oxaalzuurdihydraat ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) op in water in een maatkolf van 250 ml. Vul met water aan tot de maatstreep en homogeniseer. Pipetteer hiervan 25 ml in een erlenmeyer van 300 ml en titreer met de te stellen kaliumpermanganaatoplossing, zoals beschreven in de algemene werkwijze (6.1). De concentratie wordt gegeven door de volgende formule:

$$c_{\text{KMnO}_4} = \frac{0,3173 \cdot m}{v}$$

waarin :

$c_{\text{KMnO}_4}$  de concentratie van de kaliumpermanganaatoplossing is, in mol/l

m de massa is van het afgewogen oxaalzuurdihydraat, in g

v het volume is van de verbruikte kaliumpermanganaatoplossing, in ml

- 3.10. Calciumcarbonaat ( $\text{CaCO}_3$ ), watervrij
- 3.11. Ferrichloride-oplossing,  $c(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 10\% \text{ m/v}$   
 Los opnieuw 10 g ferrichloride ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) op in 100 ml water. Schudden vóór gebruik.
- 3.12. Ammoniumchloride ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )
- 3.13. Methyloordoplossing  
 Los 0,1 g methyloord op in 60 ml ethanol ( $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96\%$ ) en vul na oplossen aan met water tot 100 ml.
- 3.14. IJsazijn,  $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 100\%$ ,  $\rho_{20} = 1,05 \text{ kg/l}$
- 3.15. Kaliumpermanganaatoplossing,  $c(\text{KMnO}_4) = 1\% \text{ m/v}$   
 Los 1 g kaliumpermanganaat ( $\text{KMnO}_4$ ) op in 100 ml water.



Dissoudre dans de l'eau 1,6 g de dihydrate d'acide oxalique ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) pesé à 1 mg près dans un ballon jaugé de 250 ml. Porter au trait avec de l'eau et homogénéiser. Introduire à la pipette 25 ml de cette solution dans un Erlenmeyer de 300 ml et titrer avec la solution de permanganate de potassium à déterminer comme décrit dans le mode opératoire général (6.1). La concentration est obtenue par la formule suivante :

$$c_{\text{KMnO}_4} = \frac{0,3173 \cdot m}{v}$$

dans laquelle :

$c_{\text{KMnO}_4}$  est la concentration de la solution de permanganate de potassium, en mol/l

$m$  est la masse du dihydrate d'acide oxalique pesé, en g

$v$  est le volume de la solution de permanganate de potassium utilisée, en ml

- 3.10. Carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), sec
- 3.11. Solution de chlorure ferrique,  $c(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 10\% \text{ m/v}$   
Dissoudre à nouveau 10 g de chlorure ferrique ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dans 100 ml d'eau. Agiter avant l'emploi.
- 3.12. Chlorure d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )
- 3.13. Solution de rouge de méthyle  
Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 60 ml d'éthanol ( $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96\%$ ) et porter à 100 ml avec de l'eau après mise en solution.
- 3.14. Acide acétique glacial =  $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 100\%$ ,  $\rho_{20} = 1,05 \text{ kg/l}$
- 3.15. Solution de permanganate de potassium,  $c(\text{KMnO}_4) = 1\% \text{ m/v}$   
Dissoudre 1 g de permanganate de potassium ( $\text{KMnO}_4$ ) dans 100 ml d'eau.

3.16. Ammoniumbenzoaatoplossing,  $c(\text{NH}_4\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2) = 0,74 \text{ mol/l}$   
Los 102,5 g ammoniumbenzoaat ( $\text{NH}_4\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2$ ) op in 1 l water, homogeniseer en voeg zo nodig ammonia (3.6) toe tot neutraal t.o.v. methylrood (3.13).

3.17. Wasvloeistof

Verdun 100 ml ammoniumbenzoaatoplossing (3.16) onder toevoeging van 20 ml ijszijn (3.14) tot 1 l. Verwarmen tot koken voor gebruik.

#### 4. Apparatuur

4.1. Kroesje van platina, porcelein of kwarts, capaciteit ca. 50 ml

4.2. Elektrische moffeloven met instelbare temperatuur

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Zie hoofdstuk I.

#### 6. Werkwijze

6.1. Algemene werkwijze

6.1.1. Extractie

Weeg 2 g van het analysemonster (zie 6.2) op 1 mg nauwkeurig en breng dit over in een maatkolf van 200 ml. Voeg 100 ml zoutzuuroplossing (3.1) toe en 5 ml waterstofperoxyde-oplossing (3.2). Zwenk om en laat gedurende 15 minuten reageren. Breng vervolgens tot koken en houd zachtjes kokend gedurende 30 minuten. Koel af en vul met water aan tot de maatstreep. Homogeniseer en filtreer.

3.16. Solution de benzoate d'ammonium,  $c(\text{NH}_4\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2) = 0,74 \text{ mol/l}$   
Dissoudre 102,5 g de benzoate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{C}_6\text{H}_5\text{CO}_2$ ) dans 1 l d'eau, homogénéiser et ajouter, si nécessaire, de l'ammoniaque (3.6.) jusqu'à l'obtention d'une réaction neutre contrôlée au rouge de méthyle (3.13.).

3.17. Solution de lavage

Diluer 100 ml de la solution de benzoate d'ammonium (3.16.) sous addition de 20 ml d'acide acétique glacial (3.14.) jusqu'à l'obtention de 1 l. Chauffer jusqu'à ébullition avant utilisation.

4. Appareillage

4.1. Creuset en platine, porcelaine ou quartz d'une capacité d'env. 50 ml

4.2. Four à moufle électrique à température réglable

5. Préparation de l'échantillon

Voir Chapitre I.

6. Mode opératoire

6.1. Méthode générale

6.1.1. Extraction

Introduire 2 g de l'échantillon (cf. 6.2) pesé à 1 mg près dans un ballon jaugé de 200 ml, ajouter 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) et 5 ml de la solution d'eau oxygénée (3.2). Agiter et laisser réagir durant 15 minutes. Porter à ébullition et maintenir légèrement à ébullition durant 30 minutes. Après refroidissement, porter au trait avec de l'eau, homogénéiser et filtrer.

### 6.1.2. Precipitatie

Pipetteer 50 ml van het filtraat in een bekersglas van 500 ml. Voeg water toe tot ca. 100 ml. Voeg 40 ml ammoniumoxalaatoplossing (3.3) toe en breng tot koken. Indien een neerslag is ontstaan, voeg dan druppelsgewijs zoveel zoutzuuroplossing (3.1) toe tot dit weer oplost. Voeg langzaam onder roeren ammoniumacetaatoplossing (3.4) toe, totdat een neerslag begint te ontstaan, echter niet meer dan 50 ml. Roer verder gedurende een halve minuut, voeg enkele druppels indicatoroplossing (3.5) toe en daarna geleidelijk onder voortdurend roeren zoveel ammoniumacetaatoplossing (3.4), tot de kleur van geel via groen omslaat naar blauwviolet, zonder echter een totaalvolume van 50 ml ammoniumacetaatoplossing te overschrijden. Voeg, indien de kleur na 50 ml nog niet is omgeslagen, druppelsgewijs de nodige hoeveelheid ammonia (3.6) toe. Laat vervolgens op een kokend waterbad even bezinken. Voeg nogmaals 15 ml ammoniumacetaatoplossing (3.4) toe, zwenk om, laat gedurende 1 uur op een kokend waterbad staan, laat even afkoelen en filtreer. Spoel het bekersglas uit en was het neerslag met verdunde ammonia (3.7), waarbij in totaal niet meer dan 80 ml mag worden gebruikt.

### 6.1.3. Titratie

Breng het natte filter met het neerslag over in een erlenmeyer van 300 ml, voeg 100 ml zwavelzuuroplossing (3.8) toe, verhit op een elektrische kookplaat tot 80°C onder regelmatig roeren, en titreer met de kaliumpermanganaatoplossing (3.9) totdat een roze kleur ontstaat die gedurende een halve minuut blijft bestaan.

### 6.1.2. Précipitation

Introduire à la pipette 50 ml du filtrat dans un bécher de 500 ml. Ajouter de l'eau jusqu'à un volume d'env. 100 ml. Ajouter 40 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (3.3) et porter à ébullition. En cas de formation de précipité, ajouter goutte à goutte la quantité de solution d'acide chlorhydrique (3.1) nécessaire pour le dissoudre. Ajouter lentement sous agitation la solution d'acétate d'ammonium (3.4) jusqu'à l'apparition d'une précipitation. Le volume de cette solution ne doit toutefois pas dépasser 50 ml. Continuer ensuite à agiter durant une demi-minute, ajouter quelques gouttes de la solution de l'indicateur (3.5) et ensuite progressivement, tout en agitant, suffisamment de solution d'acétate d'ammonium (3.4) jusqu'au virage de la coloration jaune, via la coloration verte, au bleu-violet, sans toutefois dépasser un volume total de 50 ml de solution d'acétate d'ammonium. Si le virage ne s'est pas encore produit après 50 ml, ajouter goutte à goutte la quantité nécessaire d'ammoniaque (3.6). Laisser ensuite déposer le précipité au bain-marie bouillant. Ajouter encore 15 ml de la solution d'acétate d'ammonium (3.4), agiter, placer durant une heure au bain-marie bouillant, laisser refroidir et filtrer. Rincer le bécher et laver le précipité avec de l'ammoniaque dilué (3.7) sans dépasser au total 80 ml.

### 6.1.3. Titrage

Placer le filtre humide avec le précipité dans un Erlenmeyer de 300 ml, ajouter 100 ml de la solution d'acide sulfurique (3.8), chauffer à 80° C sous agitation régulière sur une plaque électrique et titrer avec la solution de permanganate de potassium (3.9) jusqu'à ce qu'une coloration rose persiste pendant une demi-minute.

## 6.2. Werkwijze voor monsters met mangaangehalten van meer dan 0,4 %

### 6.2.1. Extractie

Bereid een oplossing volgens de algemene werkwijze beschreven in punt 6.1.1.

### 6.2.2. Verwijdering van fosfaten en mangaan

Pipetteer 25 tot 100 ml van het filtraat, dat maximaal 100 mg  $P_2O_5$  bevat, in een bekersglas van 500 ml. Vul zo nodig met water aan tot 100 ml. Voeg 1 ml ferrichloride-oplossing (3.11) toe voor elke 25 mg aanwezige  $P_2O_5$ , en vervolgens 10 g ammoniumchloride (3.12). Neutraliseer langzaam met ammonia (3.6) onder voortdurend roeren tot juist geel t.o.v. methylrood (3.13). Wacht tijdens het neutraliseren een halve minuut zodra een neerslag ontstaat. Zuur vervolgens aan met 1 ml ijszijn (3.14). Voeg 1 ml kaliumpermanganaatoplossing (3.15) toe, en voor elke 5 mg aanwezige mangaan nogmaals 1 ml van deze oplossing. Zwenk om en kook gedurende 2 minuten. Indien de violette kleur intussen verdwenen is, wordt opnieuw kaliumpermanganaat toegevoegd tot deze kleur na koken blijft bestaan. Koel af, spoel over in een maatkolf van 200 ml, vul met water aan tot de maatstreep, homogeniseer en filtreer.

### 6.2.3. Precipitatie en titratie

Pipetteer 100 ml van het filtraat in een bekersglas van 500 ml. Voeg 1 ml ijszijn (3.14) en 35 ml ammoniumbenzoaatoplossing (3.16) toe en zwenk om. Voeg 1,5 ml zoutzuuroplossing (3.1) toe en zwenk om. Kook gedurende 5 minuten en filtreer onmiddellijk. Was uit met hete wasvloeistof (3.17), die aan het filtraat wordt toegevoegd tot het volume ca. 200 ml bedraagt. Voeg 10 ml zoutzuuroplossing (3.1) en 75 ml ammoniumoxalaatoplossing (3.3) toe. Handel vervolgens verder zoals beschreven in punten 6.1.2 en 6.1.3 van de algemene werkwijze, vanaf het toevoegen van de ammoniumoxalaatoplossing.

6.2. Mode opératoire pour les échantillons dont la teneur en manganèse est supérieure à 0,4 %

6.2.1. Extraction

Préparer une solution suivant le mode opératoire général décrit sous le point 6.1.1.

6.2.2. Elimination des phosphates et du manganèse

Introduire à la pipette 25 à 100 ml du filtrat contenant au maximum 100 mg de  $P_2O_5$  dans un bécher de 500 ml. Si nécessaire, porter à 100 ml avec de l'eau. Ajouter 1 ml de la solution de chlorure ferrique (3.11) par 25 mg de  $P_2O_5$  présents et ensuite 10 g de chlorure d'ammonium (3.12). Neutraliser lentement à l'ammoniaque (3.6) sous agitation constante jusqu'au moment précis de l'obtention d'une coloration jaune par rapport au rouge de méthyle (3.13). Dès qu'un précipité se forme pendant la neutralisation, attendre une demiminute avant de poursuivre. Acidifier ensuite avec 1 ml d'acide acétique glacial (3.14). Ajouter 1 ml de la solution de permanganate de potassium (3.15) et encore 1 ml de cette solution par 5 mg de manganèse présents. Agiter et faire bouillir durant 2 minutes. Si la coloration violette a disparu, ajouter à nouveau du permanganate de potassium jusqu'à ce que la coloration persiste après ébullition. Laisser refroidir, transvaser dans un ballon jaugé de 200 ml, porter au trait avec de l'eau, homogénéiser et filtrer.

6.2.3. Précipitation et titrage

Introduire à la pipette 100 ml du filtrat dans un bécher de 500 ml. Ajouter 1 ml d'acide acétique glacial (3.14.) et 35 ml de la solution de benzoate d'ammonium (3.16.) et agiter. Ajouter 1,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1.) et agiter. Bouillir durant 5 minutes et filtrer immédiatement. Laver avec la solution de lavage bouillante (3.17.) qui est ajoutée au filtrat jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 200 ml. Ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1.) et 75 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (3.3.). Procéder ensuite comme décrit sous les points 6.1.2. et 6.1.3. du mode opératoire général, à partir de l'addition de la solution d'oxalate d'ammonium.

### 6.3. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling op identieke wijze als voor het monster, met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan calcium oplosbaar in mineraal zuur, uitgedrukt in massaprocenten calciumoxide (CaO), met de volgende formule :

$$w_{\text{CaO}} = \frac{0,14 \cdot (v_m - v_{\text{bl}}) \cdot c \cdot v_e}{m \cdot v_a} \cdot 100 \%$$

waarin :

- $w_{\text{CaO}}$  het gehalte aan calcium oplosbaar in mineraal zuur is, in % CaO (m/m)
- $v_m$  het volume van de kaliumpermanganaatoplossing (3.9) is, in ml, verbruikt bij de titratie van het monster
- $v_{\text{bl}}$  het volume van de kaliumpermanganaatoplossing (3.9) is, in ml, verbruikt bij de titratie van de blanco
- $c$  de concentratie in van de kaliumpermanganaatoplossing (3.9) is, in mol/l
- $v_e$  het volume van de extractie-oplossing is, in ml
- $m$  de massa van het analysemonster is, in g
- $v_a$  het volume van het aliquot van het filtraat is, in ml

### Opmerkingen

Gebruik indien werkwijze 6.2 werd gevolgd de volgende formule :

$$w_{\text{CaO}} = \frac{0,14 \cdot (v_m - v_{\text{bl}}) \cdot c \cdot v_e \cdot v_e'}{m \cdot v_a \cdot v_a'} \cdot 100 \%$$

waarin :

- $v_e'$  het volume is van de oplossing verkregen na het verwijderen van fosfaten en mangaan (6.2.2), in ml
- $v_a'$  het volume is van het aliquot van het filtraat genomen voor het neerslaan (6.2.3), in ml



### 6.3. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en procédant de la même façon que pour l'échantillon et en n'utilisant que les réactifs. Tenir compte du résultat de cet essai lors du calcul du résultat final.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en calcium soluble dans un acide minéral, exprimée en pour cent de la masse d'oxyde de calcium (CaO), selon la formule suivante :

$$w_{\text{CaO}} = \frac{0,14 \cdot (v_m - v_{\text{bl}}) \cdot c \cdot v_e}{m \cdot v_a} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

$w_{\text{CaO}}$  est la teneur en calcium soluble dans un acide minéral, en % de CaO (m/m)

$v_m$  est le volume de la solution de permanganate de potassium (3.9), en ml, utilisée pour le titrage de l'échantillon

$v_{\text{bl}}$  est le volume de la solution de permanganate de potassium (3.9), en ml, utilisée pour l'essai à blanc

$c$  est la concentration de la solution de permanganate de potassium (3.9), en mol/l

$v_e$  est le volume de la solution extraite, en ml

$m$  est la masse de l'échantillon à analyser, en g

$v_a$  est le volume de la part aliquote du filtrat, en ml

*Observations :*

*Si le mode opératoire 6.2 a été suivi, appliquer la formule suivante :*

$$w_{\text{CaO}} = \frac{0,14 \cdot (v_m - v_{\text{bl}}) \cdot c \cdot v_e \cdot v_e'}{m \cdot v_a \cdot v_e'} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

$v_e'$  est le volume de la solution obtenue après élimination des phosphates et du manganèse (6.2.2.), en ml

$v_a'$  est le volume de la part aliquote du filtrat prélevé avant la précipitation (6.2.3), en ml

Voor de omrekening van het resultaat naar een calciumgehalte, uitgedrukt in gewichtsprocenten Ca, wordt bovenvermeld resultaat gedeeld door de omrekeningsfactor 1,399.

#### 8. Controle van de werkwijze

Verricht een analyse in dezelfde omstandigheden, door echter het monster te vervangen door eenzelfde hoeveelheid calciumcarbonaat (3.10), rekening houdend met opmerking 9.2. Het gehalte aan calcium oplosbaar in mineraal zuur, uitgedrukt in CaO, bedraagt 56,0 %.

#### 9. Opmerkingen

9.1. Indien het monster organische stof bevat wordt het van tevoren op de volgende wijze verast :

Weeg 5 g van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig en breng dit over in een kroes (4.1). Plaats deze in een koude moffeloven (4.2), verhit vervolgens tot  $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ , en handhaaf deze temperatuur gedurende 2 uur. Koel af en spoel de as met wat water over in een maatkolf van 200 ml. Handel verder zoals hierboven beschreven.

9.2. Indien een gehalte van meer dan 50 % CaO wordt verwacht, neem dan 25 ml van het filtraat in plaats van 50 ml in bewerking bij de precipitatie, en dien hieraan nog 2,5 ml zoutzuuroplossing (3.1) toe.

9.3. Indien aanzienlijke gehalten aan ijzer, aluminium, magnesium e.d. te verwachten zijn, neem dan eveneens 25 ml van het filtraat in bewerking bij de precipitatie, en voeg 2,5 ml zoutzuuroplossing (3.1) toe. Voeg bovendien water toe tot 200 ml i.p.v. 100 ml, en 75 ml ammoniumoxalaatoplossing (3.3) i.p.v. 40 ml.

---

Pour convertir le résultat en une teneur en calcium exprimée en pour cent du poids de Ca, le résultat susmentionné est divisé par le facteur de conversion 1,399.

#### 8. Contrôle de la méthode

Effectuer l'analyse dans les mêmes conditions en remplaçant toutefois l'échantillon par une même quantité de carbonate de calcium (3.10) et en tenant compte de l'observation 9.2. La teneur en calcium soluble dans un acide minéral, exprimée en CaO, est de 56,0 %.

#### 9. Observations

9.1. Si l'échantillon contient une matière organique, il est préalablement calciné de la manière suivante :

Déposer 5 g de l'échantillon pesés à 1 mg près dans un creuset (4.1). Placer celui-ci dans un four à moufle froid (4.2), porter à 550°C +/- 10° C et maintenir cette température durant 2 heures. Après refroidissement, transvaser les cendres dans un ballon jaugé de 200 ml. Opérer ensuite comme décrit ci-dessus.

9.2. Si une teneur supérieure à 50 % CaO est escomptée, prélever 25 ml de filtrat au lieu des 50 ml utilisés lors de la précipitation et y ajouter encore 2,5 ml de solution d'acide chlorhydrique (3.1).

9.3. Si des teneurs importantes en fer, aluminium, magnésium etc., sont à escompter, prélever également 25 ml du filtrat utilisé lors de la précipitation et ajouter 2,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1). Ajouter en outre de l'eau jusqu'à 200 ml au lieu de 100ml ainsi que 75 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (3.3) au lieu de 40 ml.

---

**Methode BNL-Ca-4 :****Bepaling van calcium- en/of magnesium in zuurbindende vorm****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan calcium en/of magnesium in zuurbindende vorm. Deze methode is toepasbaar voor alle producten opgenomen in Hoofdstuk I van Bijlage I van de Reglementering.

**2. 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 enkel de tweede bewerking uitgevoerd.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

3.1. Kooldioxide ( $\text{CO}_2$ ) in drukvat of gascylinder, voorzien van een reduceerventiel

3.2. Ethanoloplossing,  $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 1\% \text{ v/v}$

Verdun 10 ml ethanol,  $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96\% \text{ v/v}$ , met water tot 1000 ml.

3.3. Ijsblokjes

**Méthode BNL-Ca-4 :****Détermination de la teneur en calcium et/ou en magnésium sous forme neutralisante****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en calcium et/ou en magnésium sous forme neutralisante. Cette méthode est applicable à tous les produits figurant au Chapitre I de l'annexe I de la Réglementation.

**2. 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 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.

**3. Réactifs et accessoires**

- 3.1. Dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) en bonbonne sous pression ou en bouteille munie d'un réducteur de pression
- 3.2. Solution d'éthanol,  $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 1\% \text{ v/v}$   
Diluer 10 ml d'éthanol,  $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 96\% \text{ v/v}$ , dans de l'eau jusqu'à l'obtention de 1000 ml.
- 3.3. Glaçons

- 3.4. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 5 \text{ mol/l}$   
Meng voorzichtig 1 volumedeel zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ , ( $20 = 1,19 \text{ kg/l}$ ), met 1,4 volumedelen water.
- 3.5. Natronkalk (mengsel van calciumoxide ( $\text{CaO}$ ) en natriumhydroxide ( $\text{NaOH}$ ))
- 3.6. Silicagel, gekorrelde, watervrij, met vochtigheidsindicator
- 3.7. Zwavelzuur,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ kg/l}$
- 3.8. Calciumcarbonaat ( $\text{CaCO}_3$ )

#### 4. Apparatuur

De te gebruiken apparatuur bestaat voornamelijk uit speciaal glaswerk (zie de figuren 1, 2 en 3 in de Bijlage). Hieronder volgt een beschrijving van de afzonderlijke onderdelen en van de handelingen die nodig zijn om deze onderdelen gebruiksklaar te maken.

- 4.1. Driehalskolf van 500 ml.
- 4.2. Pijpje dat tot op enkele millimeters van de bodem van de kolf reikt en dat eindigt op een plaat van gesinterd glas  
Dit pijpje moet kunnen worden aangesloten op kooldioxidegas (3.1) gedurende de eerste bewerking (9.1) en op een luchtzuiveringsbuis (bevattende natronkalk (3.5) en silicagel (3.6)) bij de tweede bewerking (9.3).
- 4.3. Koeler met rechte buis van 25 cm lengte.
- 4.4. Wasflesje voor waterdamp, als volgt te bereiden :  
Vul het droge flesje met gewassen en gedroogde glasparsels. Voeg vervolgens zwavelzuur (3.7) toe tot op  $2/3$  van de hoogte. Bereid voor elke serie bepalingen een ander wasflesje.

- 3.4. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 5 \text{ mol/l}$   
Mélanger prudemment 1 volume d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ kg/l}$ , avec 1,4 volume d'eau.
- 3.5. Chaux sodée (mélange d'oxyde de calcium ( $\text{CaO}$ ) et d'hydroxyde de sodium ( $\text{NaOH}$ ))
- 3.6. Gel de silice, en perles, anhydre, avec indicateur d'humidité
- 3.7. Acide sulfurique,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ kg/l}$
- 3.8. Carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ )

#### 4. Appareillage

L'appareillage à utiliser consiste principalement en verrerie spéciale (cf. figures 1, 2 et 3 dans l'Annexe). Une description des différentes pièces et des opérations requises pour rendre ces pièces prêtes à l'emploi est présentée ci-dessous.

- 4.1. Un ballon à 3 voies de 500 ml
- 4.2. Une canule plongeant à quelques millimètres du fond du ballon et terminée par une plaque de verre fritté  
Cette canule doit pouvoir être branchée à un courant de dioxyde de carbone (3.1) durant la première opération (9.1) et sur un tube purificateur d'air (contenant de la chaux sodée (3.5) et du gel de silice (3.6)) durant la deuxième opération (9.3).
- 4.3. Un réfrigérant à tube droit, de 25 cm de longueur efficace
- 4.4. Un flacon laveur pour vapeur d'eau, à préparer comme suit :  
Remplir le flacon sec avec des billes de verre lavées et séchées. Ajouter ensuite de l'acide sulfurique (3.7) jusqu'aux 2/3 de la hauteur. Préparer un autre flacon laveur pour chaque série de déterminations.

- 4.5. Twee absorptieflessen van 350 ml voor kooldioxide, voorzien van een poreuze bodemplaat, als volgt te bereiden :

Vul de lege flessen eerst met natronkalk (3.5) tot op 2/3 van de hoogte en vul vervolgens aan met silicagel (3.6). De eerste fles is gewoonlijk verzadigd na een twintigtal analyses. Weeg beide absorptieflessen voor de aanvang van de proef op 0,01 g nauwkeurig.

- 4.6 Waterstraalpompe met regelbare onderdruk

- 4.7 Luchtzuiveringsbuis, cilindrisch, 100 ml inhoud, voorzien van een kraan, als volgt te bereiden :

Vul de buis tot op 1/3 van de hoogte met silicagel (3.6) en vul vervolgens aan met natronkalk (3.5).

- 4.8 Cilindrische buis van 100 ml, voorzien van kraan en stop, voor het laten bijvloeien van het zoutzuur (3.4) en die op de derde hals van de kolf (4.1) geplaatst wordt.

- 4.9 Spathelm.

## 5 Bereiding van het analysemonster

Zie hoofdstuk I.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Eerste bewerking

Weeg 2 tot 5 g van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig en breng dit over in een driehalskolf (4.1). Voeg 200 ml ethanoplossing (3.2) toe en zet de kolf in ijsblokjes (3.3).

Verbind het pijpje (4.2) via het reduceerventiel met het kooldioxide (3.1) en breng het in de kolf (zie 9.1).

Leid een zachte stroom van kooldioxidegas door de suspensie gedurende minimaal 6 uur.

Verbind de driehalskolf met de koeler (4.3), sluit de gastoevoer, en sluit de derde hals af. Kook gedurende ongeveer 45 minuten om de overmaat kooldioxide en de ethanol te verdrijven (zie 9.2).



- 4.5. Deux absorbeurs de 350 ml pour le dioxyde de carbone, munis d'un fond poreux, à préparer comme suit :  
Remplir les flacons vides d'abord avec de la chaux sodée (3.5) jusqu'aux 2/3 de la hauteur et compléter ensuite avec du gel de silice (3.6). Le premier flacon est généralement saturé après une vingtaine d'analyses. Peser les deux absorbeurs avant le début de l'essai à 0,01 g près.
- 4.6. Une trompe à eau, à vide réglable
- 4.7. Un tube purificateur d'air cylindrique, d'une contenance de 100 ml, muni d'un robinet, à préparer comme suit :  
Remplir le tube jusqu'au 1/3 de la hauteur avec du gel de silice (3.6) et compléter ensuite avec de la chaux sodée (3.5).
- 4.8. Une ampoule cylindrique de 100 ml, munie d'un robinet et d'un bouchon, destinée à introduire l'acide chlorhydrique (3.4.) dans le ballon et fixée sur la troisième voie de ce ballon (4.1).
- 4.9. Une boule déflegmatrice.
5. **Préparation de l'échantillon à analyser**  
Voir Chapitre I.
6. **Mode opératoire**
  - 6.1. **Première opération**  
Peser à 1 mg près 2 à 5 g de l'échantillon à analyser et introduire cette quantité dans un ballon à trois voies (4.1). Ajouter 200 ml de la solution d'éthanol (3.2) et placer le ballon dans des glaçons (3.3).  
Raccorder la canule (4.2) au dioxyde de carbone (3.1) par le réducteur de pression et l'introduire dans le ballon (cf. 9.1).  
Faire barboter le dioxyde de carbone pendant au moins 6 heures.  
Raccorder le ballon à trois voies au réfrigérant (4.3), couper l'arrivée de gaz, boucher la troisième voie et faire bouillir pendant environ 45 minutes pour éliminer l'excès de dioxyde de carbone et d'éthanol (cf. 9.2).

## 6.2. Tweede bewerking

Stel de apparatuur op overeenkomstig punt 9.3, zonder echter de verbinding te maken met de vooraf gewogen absorptieflessen voor kooldioxide, noch met het wasflesje voor waterdamp. Verbind de waterstraalpompe met de koeler.

Sluit de kraan van de buis (4.8) af, voeg 50 ml zoutzuuroplossing (3.4) toe, en sluit de buis.

Open de kraan van de luchtzuiveringsbuis (4.7). Verwijder het kooldioxide uit het systeem door gedurende 15 minuten de waterstraalpompe (4.6.) in werking te stellen. Zet het afzuigen stop en laat daarna, zonder de verbinding met de pompe los te maken, de luchtdruk weer tot evenwicht komen (15 tot 30 minuten).

Sluit de kraan van de luchtzuiveringsbuis, en open de kraan van de buis met zoutzuur (4.8), zonder de stop eraf te nemen.

Laat het zuur (3.4) druppelsgewijs toevloeien terwijl de onderdruk zo geregeld wordt dat per seconde 2 à 3 gasbellen ontsnappen uit de opvangfles voor waterdamp. Om de snelheid van de kooldioxidestroom beter te kunnen beoordelen, is het aanbevolen tussen de spathelm (4.9) en de opvangfles voor waterdamp een wasflesje met parafineolie te brengen.

Stel vijf minuten na het toevoegen van de laatste druppels zuur, de koeler in werking en breng de inhoud van de driehalskolf langzaam op kooktemperatuur. Kook gedurende 10 minuten en regel ondertussen de koeling 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 luchtzuiveringsbuis. Regel de onderdruk zodanig dat 2-3 gasbellen 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 op 0,01 g nauwkeurig.

De gewichtstoneame van de eerste absorptiefles en eventueel ook die van de tweede geeft het gewicht van het vrijgekomen en geabsorbeerd kooldioxide aan. Het nawegen van de tweede absorptiefles dient om na te gaan of al het kooldioxide wel in de eerste fles geabsorbeerd werd. Dit is niet het geval indien de aanzuiging van lucht te sterk is geweest, of indien de eerste absorptiefles verzadigd is geweest.

## 6.2. Deuxième opération

Installer l'appareillage conformément au point 9.3, toutefois sans raccordement aux absorbeurs pour le dioxyde de carbone et au flacon laveur pour la vapeur d'eau. Relier la trompe à eau au réfrigérant.

Fermer le robinet de l'ampoule (4.8), ajouter 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) et obturer l'ampoule.

Ouvrir le robinet du tube purificateur d'air (4.7). Eliminer le dioxyde de carbone dans le système en actionnant pendant 15 minutes la trompe à eau (4.6). Arrêter l'aspiration et, sans débrancher la trompe, laisser revenir ensuite à l'équilibre de pression (15 à 30 minutes).

Fermer le robinet du tube purificateur d'air et ouvrir le robinet de l'ampoule avec l'acide chlorhydrique (4.8) sans ôter le bouchon.

Laisser couler l'acide (3.4) goutte à goutte en réglant l'aspiration de telle manière que 2-3 bulles de gaz s'échappent par seconde de la trappe à vapeur d'eau. Pour pouvoir mieux apprécier la vitesse de l'aspiration du dioxyde de carbone, il est à recommander d'intercaler entre la boule déflegmatrice (4.9) 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 porter lentement à ébullition le contenu du flacon à trois voies. Laisser bouillir 10 minutes en réglant la réfrigération et l'aspiration de telle manière que la condensation de la vapeur d'eau ne dépasse pas la boule déflegmatrice.

Arrêter ensuite le chauffage et ouvrir lentement le robinet du tube purificateur d'air. Régler l'aspiration de manière à maintenir le débit de 2-3 bulles de gaz par seconde. Arrêter l'aspiration après 15 minutes et laisser revenir l'équilibre de pression. Débrancher les absorbeurs de dioxyde de carbone et les peser rapidement à 0,01 g près.

L'augmentation de poids du premier absorbeur et éventuellement du second absorbeur donne le poids du dioxyde de carbone dégagé et absorbé. La pesée du deuxième absorbeur sert à vérifier si tout le dioxyde de carbone a effectivement été absorbé dans le premier. Ce n'est pas le cas si l'aspiration d'air a été trop forte ou si le premier absorbeur est saturé.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan calcium en/of magnesium in zuurbindende vorm uitgedrukt in massaprocenten calciumcarbonaat ( $\text{CaCO}_3$ ), en berekend met volgende formule :

$$w_{\text{CaCO}_3} = \frac{(M - M_0) \cdot f}{m} \cdot 100\%$$

waarin :

- $w_{\text{CaCO}_3}$  het gehalte aan calcium en/of magnesium in zuurbindende vorm is, in %  $\text{CaCO}_3$  (m/m)
- M de som der massa's van de absorptieflessen is, in g, na het beëindigen van de proef
- $M_0$  de som der massa's van de absorptieflessen is, in g, voor de aanvang van de proef
- f de omrekeningsfactor van  $\text{CO}_2$  naar  $\text{CaCO}_3$  is. Deze bedraagt 2,274
- m de massa van het analysemonster is, in g

## 8. Controlebepaling

Verricht een controlebepaling in dezelfde omstandigheden, door echter het monster te vervangen door 2,0 g calciumcarbonaat (3.8), en dit enkel aan de tweede bewerking te onderwerpen. De theoretische massatoename is 879,4 mg.

## 9. Figuren

9.1. Figuur 1

9.2. Figuur 2

9.3. Figuur 3

-----

## 7. Calcul

Calculer la teneur en calcium et/ou en magnésium sous forme neutralisante, exprimée en pour cent de la masse de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), selon la formule suivante :

$$w_{\text{CaCO}_3} = \frac{(M - M_0) \cdot f}{m} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

$w_{\text{CaCO}_3}$  est la teneur en calcium et/ou en magnésium sous forme neutralisante en %  $\text{CaCO}_3$  (m/m)

$M$  est la somme des masses des absorbeurs en g après la fin de l'essai

$M_0$  est la somme des masses des absorbeurs en g avant le début de l'essai

$f$  est le facteur de conversion du  $\text{CO}_2$  en  $\text{CaCO}_3$ . Il s'élève à 2,274

$m$  est la masse de l'échantillon à analyser en g

## 8. Contrôle de la méthode

Effectuer l'analyse dans les mêmes conditions, toutefois en remplaçant l'échantillon par 2 g de carbonate de calcium (3.8) et en le soumettant uniquement à la deuxième opération. L'augmentation théorique de la masse est de 879,4 mg.

## 9. Figures

9.1. Figure 1

9.2. Figure 2

9.3. Figure 3

---

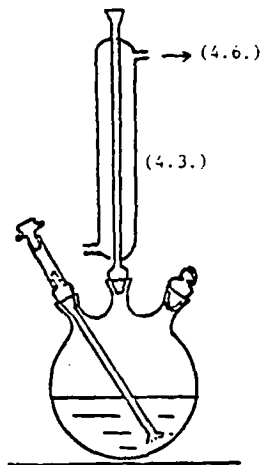
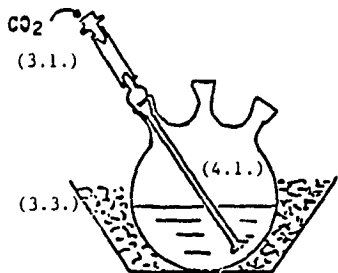
BILLAGE

9.2. Figur 2

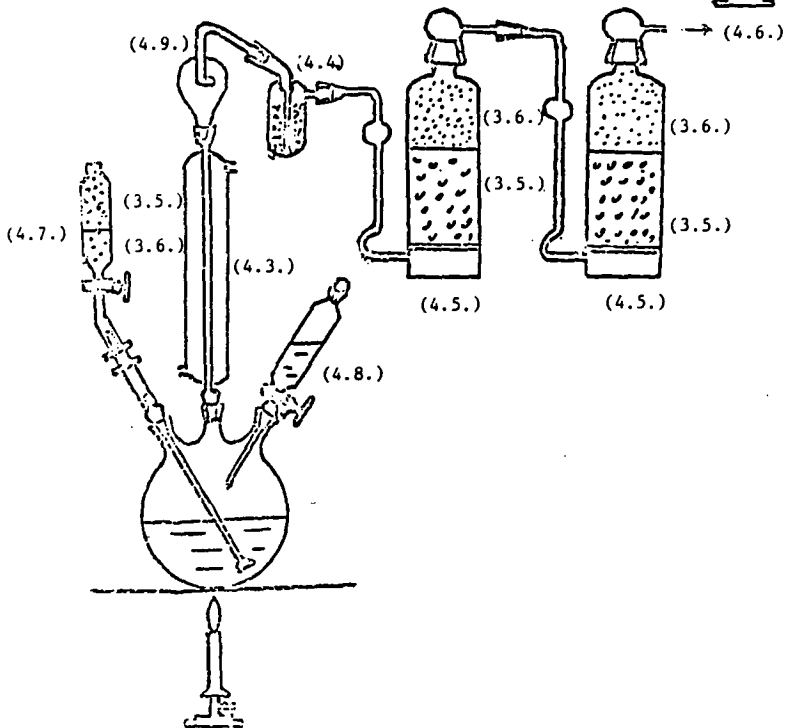
BNL-Ca-4

9. Figuren

9.1. Figur 1



9.3. Figur 3

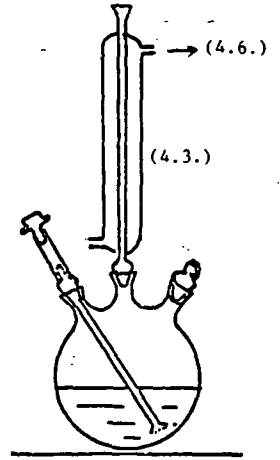
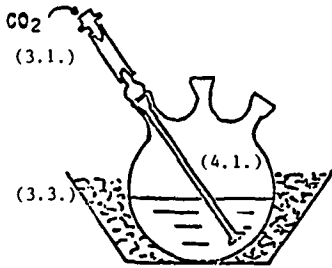


BNL-Ca-4

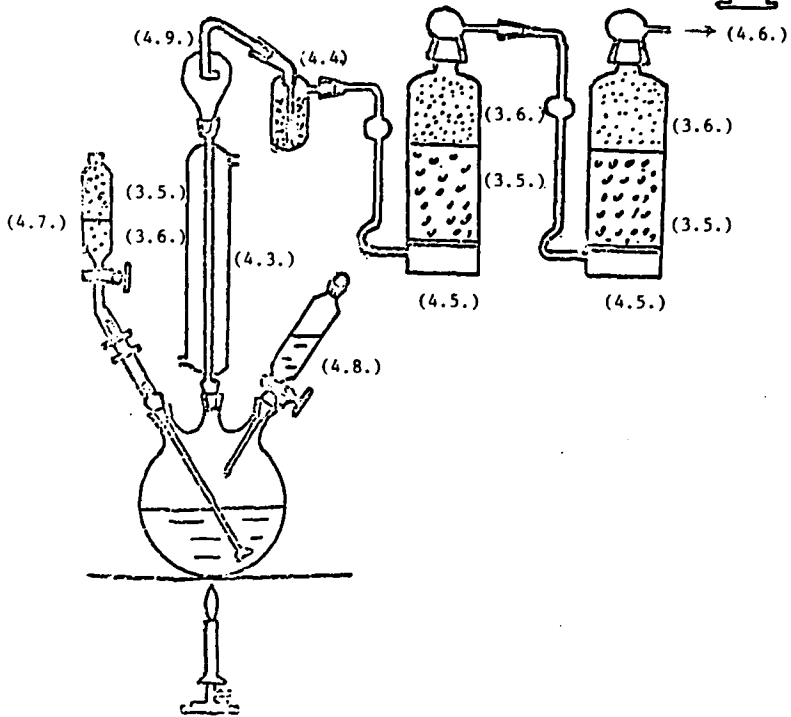
9.2. Figure 2

9. Figures

9.1. Figure 1



9.3. Figure 3



**Methode BNL-Ca-5 :**  
**Bepaling van het basenequivalent**

**1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het basenequivalent. De methode is toepasbaar voor de producten, opgenomen in Bijlage I van de Reglementering, waarvoor een garantie wordt gegeven hetzij voor calcium, oplosbaar in mineraal zuur, hetzij voor calcium en/of magnesium in zuurbindende vorm.

**2. Principe**

Meststoffen die toegevoegd worden aan de bodem oefenen een welbepaalde invloed uit op de zuurtegraad van de bodem. De aanwezigheid van alkali- en aardalkalimetalen, stikstof- en fosforverbindingen in de meststof spelen hierbij een voornamelijk rol. Deze empirische methode heeft tot doel de uiteindelijke invloed van de meststof op de bodem-pH te bepalen. Er worden drie bepalingen uitgevoerd, met name :

- een bepaling van het basisch karakter van de as door titratie met zuur ;
- een bepaling van het gehalte aan stikstof totaal ;
- een bepaling van het gehalte aan fosfor, onoplosbaar in neutraal ammoniumcitraat.

Uit de verkregen resultaten wordt het basenequivalent berekend en de meststof, afhankelijk van de bekomen waarde, aangeduid als "zuurwerkend", "basisch werkend", of "neutraal werkend".

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

3.1. Natriumcarbonaat-sacharose-oplossing,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1 \text{ mol/l}$ ,  $c(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 0,146 \text{ mol/l}$

Los 106 g natriumcarbonaat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) of 286 g natriumcarbonaat decahydraat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$ ) en 50 g sacharose ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ ) op in 1 l water.



**Méthode BNL-Ca-5 :**  
**Détermination de l'équivalent-base**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de l'équivalent-base. La méthode est applicable aux produits mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation, pour lesquels soit le calcium soluble dans un acide minéral, soit le calcium et/ou le magnésium sous forme neutralisante est (sont) garanti(s).

**2. Principe**

Les engrais mêlés au sol exercent une action déterminée sur son acidité. La présence de métaux alcalins et alcalino-terreux, de composés azotés et phosphoriques dans les engrais joue un rôle important à cet égard. La présente méthode empirique vise à déterminer l'impact final des engrais sur le pH du sol. Elle consiste en trois déterminations, à savoir :

- une détermination du caractère basique des cendres par titrage acide ;
- une détermination de la teneur en azote total ;
- une détermination de la teneur en phosphore insoluble dans le citrate d'ammonium neutre.

L'équivalent-base est calculé à partir des résultats ainsi obtenus, et l'engrais est qualifié d' « acide », de « basique » ou de « neutre » en fonction de la valeur obtenue.

**3. Réactifs et accessoires**

- 3.1. Solution de carbonate de sodium-saccharose,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1 \text{ mol/l}$ ,  
 $c(\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}) = 0,146 \text{ mol/l}$

Dissoudre 106 g de carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) ou 286 g de carbonate de sodium décahydraté ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$ ) et 50 g de saccharose ( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ ) dans 1 litre d'eau.

- 3.2. Natriumcarbonaat-oplossing,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1 \text{ mol/l}$

Bereid dezelfde oplossing als in punt 3.1, echter zonder toevoeging van sacharose.

- 3.3. Natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$

Weeg 20 g carbonaatvrije natriumhydroxide (NaOH) af in een maatkolf van 1000 ml. Los op in water, vul met water aan tot de maatstreep. en homogeniseer. Bewaar de oplossing in een polyetheen fles en vermijd onnodige blootstelling aan de lucht. Bepaal de exacte concentratie volgens de volgende werkwijze :

Weeg 1 g waterrij kaliumwaterstoftalaat ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ), nauwkeurig tot op 1 mg, af in een erlenmeyer van 300 ml. Voeg 50 ml water toe en los op door omzwenken. Voeg 3 druppels fenolftaleïne-indicatoroplossing (3.3) toe en titreer met de te stellen natriumhydroxide-oplossing. De concentratie wordt gegeven door de volgende formule :

$$c_{(\text{NaOH})} = \frac{4,895 \cdot m}{v}$$

waarin :

- $c_{(\text{NaOH})}$  de concentratie van de natriumhydroxide-oplossing is, in mol/l ;  
 m de massa van het afgewogen kaliumwaterstoftalaat is, in g ;  
 v het volume van de verbruikte natriumhydroxide-oplossing is, in ml ;

- 3.4. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$  ;

Verdun voorzichtig 83 ml geconcentreerd zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ kg/l}$ , tot 1000 ml in een maatkolf. Bepaal de exacte concentratie door titratie met de natriumhydroxide-oplossing (3.3) t.o.v. de broomthymolblauw-indicator (3.5)

3.2. Solution de carbonate de sodium,  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 1 \text{ mol/l}$ 

Préparer la même solution qu'au point 3.1, mais sans adjonction de saccharose.

3.3. Solution d'hydroxyde de sodium,  $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$ 

Peser 20 g d'hydroxyde de sodium exempt de carbonate (NaOH) et l'introduire dans un ballon jaugé de 1000 ml. Dissoudre dans de l'eau, porter à la graduation avec de l'eau et homogénéiser. Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène et éviter de l'exposer inutilement à l'air. Déterminer la concentration exacte suivant le mode opératoire suivant :

Peser à 1 mg près 1 g de phtalate d'hydroxyde de potassium exempt d'eau ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ) dans un Erlenmeyer de 300 ml. Ajouter 50 ml d'eau et dissoudre en agitant. Ajouter 3 gouttes de solution indicateur de phénolphtaléine (3.3) et titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium à déterminer. La concentration est donnée par la formule ci-après :

$$c(\text{NaOH}) = \frac{4,895 \cdot m}{v}$$

où :

$c(\text{NaOH})$  est la concentration de la solution d'hydroxyde de sodium, en mol/l

$m$  est la masse du phtalate d'hydroxyde de potassium pesé, en g

$v$  est le volume de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée, en ml

3.4. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ 

Diluer prudemment 83 ml d'acide chlorhydrique concentré,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ kg/l}$ , jusqu'à 1000 ml dans un ballon jaugé. Déterminer la concentration exacte par titrage avec la solution d'hydroxyde de sodium (3.3) par rapport à l'indicateur de bleu de bromothymol (3.5) ;

**3.5. Broomthymolblauw-indicatoroplossing**

Wrijf 0,5 g broomthymolblauw aan in 2 ml natriumhydroxide-oplossing (3.3), los op in water en vul met water aan tot 500 ml

**3.6. Aktieve koolpoeder****4. Apparatuur**

4.1. Porseleinen schaal, met een inhoud van 100 à 150 ml

4.2. Zandbad

4.3. Kokend waterbad

4.4. Electriche moffeloven met instelbare temperatuur

4.5. pH-meter, uitgerust met glaselectrode en referentie-electrode

Calibreer de meter volgens de aanwijzingen van de fabricant met daarvoor geschikte buffers.

**5. Bereiding van het analysemonster**

Zie hoofdstuk I.

**6. Werkwijze**

6.1. Werkwijze voor meststoffen die minder dan 1 % nitraatstikstof bevatten

Weeg 0,25 g van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig en breng dit in een porseleinen schaal (4.1). Voeg met een pipet 10 ml natriumcarbonaat-sacharose-oplossing (3.1) toe en meng zorgvuldig met het monster.

3.5. Solution indicateur de bleu de bromothymol  
Ajouter par frottement 0,5 g de bleu de bromothymol à 2ml de solution d'hydroxyde de sodium (3.3), dissoudre dans de l'eau et porter à 500 ml avec de l'eau

3.6. Noir de charbon

#### 4. Appareillage

4.1. Capsule en porcelaine d'une contenance de 100 à 150 ml

4.2. Bain de sable

4.3. Bain-marie bouillant

4.4. Four à moufle électrique, à température réglable

4.5. pH-mètre muni d'une électrode de verre et d'une électrode de référence.  
Calibrer le mètre selon les instructions du fabricant avec les tampons appropriés.

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir Chapitre I.

#### 6. Mode opératoire

6.1. Mode opératoire pour les engrais contenant moins de 1 % d'azote nitrique :  
Peser à 1 mg près 0,25 g de l'échantillon à analyser et placer la prise d'essai dans une capsule en porcelaine (4.1). Ajouter à l'aide d'une pipette 10 ml de solution de carbonate de sodium-saccharose (3.1) et mélanger soigneusement avec la prise d'essai.

Plaats de schaal in het zandbad zodanig dat het zand even hoog komt als het mengsel. Verwarm voorzichtig en damp volledig droog. Plaats teneinde verliezen door spatten te voorkomen, boven het mengsel een kegelvormig gevouwen asvrij papieren 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.

Plaats vervolgens de schaal in een oven (4.4), ingesteld op  $250^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  en voer geleidelijk de temperatuur op tot  $575^{\circ}\text{C}$  à  $600^{\circ}\text{C}$ . Laat daarna gedurende 1 uur bij deze temperatuur staan. Neem de schaal uit de oven en laat afkoelen. Voeg 50 ml water toe, dek af met een horlogeglas en voeg voorzichtig met een pipet 30 ml zoutzuuroplossing (3.4) toe langs de wand van de schaal.

Plaats, wanneer het bruisen beëindigd is, de afgedekte schaal gedurende een uur op het kokend waterbad (4.3).

Laat de oplossing tot kamertemperatuur afkoelen zonder te filtreren. Spoel de inhoud met water kwantitatief over in een bekeerglas van 150 ml. Titreer met de natriumhydroxide-oplossing (3.3) oplossing tot pH 4,3, gebruik makend van een pH-meter (4.5) onder voortdurend roeren.

#### 6.2. Werkwijze voor meststoffen die meer dan 1 % nitraatstikstof bevatten

Weeg 0,25 g van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig en breng dit over in een porseleinen schaal (4.1). Voeg met een pipet 10 ml natriumcarbonaat-oplossing (3.2) toe, en 0,25 g actieve koolpoeder (3.6), en meng zorgvuldig met het monster.

Plaats de schaal in het zandbad en vervolg zoals beschreven in punt 6.1.

#### 6.3. Blancobepaling

Verricht op volgende wijze een blancobepaling :

Breng met behulp van een pipet 10 ml natriumcarbonaat-oplossing (3.2) in een erlenmeyer van 250 ml. Voeg voorzichtig met een pipet 30 ml zoutzuuroplossing (3.4) toe. Kook zachtjes gedurende enkele minuten om het ontstane kooldioxide te verwijderen. Koel af. Titreer met de natriumhydroxide-oplossing (3.3) tot pH 4,3, op identieke wijze als bij het monster.

Enfoncer la capsule dans le bain de sable jusqu'à la hauteur du mélange. Chauffer prudemment et évaporer 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.

Placer ensuite la capsule dans un four (4.4) réglé à 250° C (10° C et augmenter la température graduellement jusqu'à 575° C - 600° C. Laisser la capsule dans le four à cette température pendant 1 heure. Retirer la capsule du four et la laisser refroidir. Ajouter 50 ml d'eau, couvrir d'un verre de montre et ajouter prudemment à l'aide d'une pipette 30 ml de solution d'acide chlorhydrique (3.4) en le versant le long de la paroi de la capsule.

A la fin de l'effervescence, placer la capsule couverte pendant une heure sur un bain-marie bouillant (4.3).

Laisser refroidir sans filtrer la solution jusqu'à la température ambiante. Transférer le contenu quantitativement avec de l'eau dans un bécher de 150 ml. Titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (3.3.) jusqu'à pH 4,3 au moyen d'un pH-mètre (4.5.), en agitant continuellement.

- 6.2. Mode opératoire pour les engrais contenant plus de 1 % d'azote nitrique  
Peser à 1 mg près 0,25 g de l'échantillon à analyser et placer la prise d'essai dans une capsule en porcelaine (4.1). Ajouter à l'aide d'une pipette 10 ml de solution de carbonate de sodium (3.2) et 0,25 g de noir de charbon (3.6) et mélanger soigneusement avec l'échantillon.  
Enfoncer la capsule dans le bain de sable et continuer comme décrit au point 6.1.
- 6.3. Essai à blanc  
Effectuer un essai à blanc comme suit :  
Prélever à l'aide d'une pipette 10 ml de solution de carbonate de sodium (3.2) dans un Erlenmeyer de 250 ml. Ajouter prudemment 30 ml de solution d'acide chlorhydrique (3.4). Faire bouillir doucement pendant quelques minutes pour éliminer le CO<sub>2</sub>. Laisser refroidir. Titrer avec une solution d'hydroxyde de sodium (3.3) jusqu'à pH 4,3, de la même façon que pour l'échantillon.

**6.4. Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof**

Bepaal het gehalte aan totaal stikstof volgens methode BNL-N-1, in het geval van afwezigheid van nitraatstikstof, of volgens methode BNL-N-4, in het geval van aanwezigheid van nitraatstikstof.

**6.5. Bepaling van het gehalte aan fosfor, onoplosbaar in neutraal ammoniumcitraat**

Bepaal het gehalte aan fosfor, oplosbaar in mineraal zuur, volgens methode BNL-P-1. Bepaal eveneens het gehalte aan fosfor, oplosbaar in neutraal ammoniumcitraat, volgens methode BNL-P-2. Het gehalte aan fosfor, onoplosbaar in neutraal ammoniumcitraat, wordt gegeven door het verschil tussen het eerste en het tweede resultaat.

**7. Berekening**

Het basenequivalent wordt uitgedrukt in een negatief of positief geheel getal, dat overeenkomt met het gehalte aan resp. zuurwerkende of basisch werkende bestanddelen, uitgedrukt in massaprocenten calciumoxyde (CaO). Bereken het basenequivalent met de volgende formule en rond het resultaat af op een geheel getal :

$$BEq = 5,608.(v_{bl} - v_m) - 1,001.w_N - 0,79.w_{P_{2O_5}}$$

waarin :

**BEq** het basenequivalent is

**$v_{bl}$**  het volume van de natriumhydroxide-oplossing (3.3) is, in ml, verbruikt bij de blancobepaling

**$v_m$**  het volume van de natriumhydroxide-oplossing (3.3) is, in ml, verbruikt bij de titratie van de as van het monster

**$w_N$**  het gehalte aan stikstof totaal is, in % N (m/m)

**$w_{P_{2O_5}}$**  het gehalte aan fosfor, onoplosbaar in neutraal ammoniumcitraat, is, in %  $P_2O_5$  (m/m)



#### 6.4. Détermination de la teneur en azote total

Déterminer la teneur en azote total suivant la méthode BNL-N-1 en présence d'azote nitrique, ou suivant la méthode BNL-N-4 en absence d'azote nitrique.

#### 6.5. Détermination de la teneur en phosphore insoluble dans le citrate d'ammonium neutre

Déterminer la teneur en phosphore soluble dans un acide minéral suivant la méthode BNL-P-1. Déterminer aussi la teneur en phosphore soluble dans le citrate d'ammonium neutre suivant la méthode BNL-P-2. La différence entre le premier et le second résultat donne la teneur en phosphore insoluble dans le citrate d'ammonium neutre.

### 7. Calcul

L'équivalent-base est exprimé en un nombre entier négatif ou positif, qui correspond à la teneur en constituants à action acide, resp. basique, exprimée en pour cent en masse d'oxyde de calcium (CaO). Le calcul est effectué suivant la formule suivante, et le résultat est arrondi à un nombre entier :

$$EB = 5,608.(v_{bl} - v_m) - 1,001.w_N - 0,79.wp_2O_5$$

dans laquelle :

EB est l'équivalent-base

$v_{bl}$  est le volume de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3), en ml, utilisé pour l'essai à blanc

$v_m$  est le volume de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3), en ml, utilisé pour le titrage des cendres de l'échantillon

$w_N$  est la teneur en azote total, en % N (m/m)

$wp_2O_5$  est la teneur en phosphore, insoluble dans le citrate d'ammonium neutre, en %  $P_2O_5$  (m/m)

Opmerking

*De factor 5,608 geldt enkel indien de concentraties van de natriumhydroxide-oplossing (3.3) en de zoutzuuroplossing (3.4) exact gelijk zijn aan resp. 0.5 mol/l en 1 mol/l. Bij afwijking dient de nodige correctie toegepast te worden.*

Bij de uitdrukking van het resultaat wordt het getal dat het basenequivalent aangeeft, tevens gevolgd door de benaming "zuurwerkend", "basisch werkend", of "neutraal werkend", naargelang volgende mogelijkheden :

- een meststof is zuurwerkend indien het basenequivalent kleiner is dan - 5 ;
  - een meststof is basisch werkend indien het basenequivalent groter is dan +5 ;
  - een meststof is neutraal werkend indien het basenequivalent begrepen is tussen - 5 en +5.
-

Observation

*Le facteur 5,608 ne s'applique que si les concentrations de la solution d'hydroxyde de sodium (3.3) et de la solution d'acide chlorhydrique (3.4) sont parfaitement égales à respectivement 0,5 mol/l et 1 mol/l. S'il y a un écart, il faut opérer la correction nécessaire.*

Pour l'expression du résultat, le nombre correspondant à l'équivalent-base est suivi de la dénomination « acide », « basique » ou « neutre », selon les possibilités suivantes :

- un engrais est acide si l'équivalent-base est inférieur à  $- 5$  ;
  - un engrais est basique si l'équivalent-base est supérieur à  $+ 5$  ;
  - un engrais est neutre si l'équivalent-base est compris entre  $- 5$  et  $+ 5$ .
-

## HOOFDSTUK V

### BEPALING VAN ZWAVEL EN NATRIUM

#### Methode BNL-S-1:

#### Bepaling van zwavel afkomstig van sulfaten, oplosbaar in water

##### 1. Doel en toepassingsgebied

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan zwavel afkomstig van sulfaten, oplosbaar in water. Deze methode is toepasbaar voor alle producten opgenomen in hoofdstuk I van Bijlage I van de Reglementering, waarvoor een garantie mag worden gegeven voor het gehalte aan zwavel, afkomstig van sulfaten.

##### 2. Principe

Sulfaten worden met water in oplossing gebracht, als bariumsulfaat neergeslagen, en gravimetrisch bepaald.

##### 3. Reagentia en hulpmiddelen

- 3.1. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ kg/l}$
- 3.2. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 8 \text{ mol/l}$   
Verdun voorzichtig 670 ml zoutzuuroplossing (3.1) met water tot 1 l.
- 3.3. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/l}$   
Verdun voorzichtig 250 ml zoutzuuroplossing (3.1) met water tot 1 l.
- 3.4. Dinatriummethyleendiaminetetraacetaat dihydraat ( $\text{Na}_2\text{EDTA}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
- 3.5. Bariumchloride-oplossing,  $c(\text{BaCl}_2) = 0,08 \text{ mol/l}$   
Los 19,5 g bariumchloride dihydraat ( $\text{BaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) (*GIFTIG!*) op in water, vul aan tot 1 l en homogeniseer.
- 3.6. Watervrij natriumsulfaat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )

**CHAPITRE V****DETERMINATION DU SOUFRE ET DU SODIUM****Méthode BNL-S-1 :****Détermination de la teneur en soufre provenant de sulfates, soluble dans l'eau****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en soufre provenant de sulfates, soluble dans l'eau. Cette méthode est applicable à tous les produits figurant au chapitre I, dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

Les sulfates sont mis en solution avec de l'eau et précipités sous forme de sulfate de baryum et déterminés par gravimétrie.

**3. Réactifs et accessoires**

- 3.1. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$  ( $\rho_{20} = 1,19 \text{ kg/l}$ )
- 3.2. Acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 8 \text{ mol/l}$   
Diluer prudemment 670 ml d'acide chlorhydrique (3.1) dans de l'eau jusqu'à l'obtention de 1 l.
- 3.3. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 3 \text{ mol/l}$   
Diluer prudemment 250 ml d'acide chlorhydrique (3.1) dans de l'eau jusqu'à l'obtention de 1 l.
- 3.4. Sel dissodique de l'éthylènediamine tétracétate dihydrate ( $\text{Na}_2\text{-EDTA}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )
- 3.5. Solution de chlorure de baryum,  $c(\text{BaCl}_2) = 0,08 \text{ mol/l}$   
Dissoudre 19,5 g de dihydrate de chlorure de baryum ( $\text{BaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) (TOXIQUE !) dans 1 l d'eau et homogénéiser.
- 3.6. Sulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), anhydre

**4. Apparatuur**

- 4.1. Roteerapparaat, ingesteld op 35 tot 40 omwentelingen per minuut
- 4.2. Kokend waterbad
- 4.3. Filtreerkroes, porselein, poriënwijsdte 5 tot 15  $\mu\text{m}$   
Droog de kroes direct voor het gebruik in de droogstoof (4.4), laat afkoelen in een exsiccator en weeg op 0,1 mg nauwkeurig.
- 4.4. Droogstoof, ingesteld op een temperatuur van  $140^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$
- 4.5. Electriscne moffeloven, ingesteld op een temperatuur van  $700^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$

**5. Bereiding van het analysemonster**

Zie hoofdstuk I.

**6. Werkwijze****6.1. Extractie**

Weeg 2 g van het analysemonster af op 1 mg nauwkeurig en breng dit in een maatkolf van 200 ml. Voeg 100 ml water toe en kook gedurende 1 uur. Koel af, vul aan met water tot de maatstreep, homogeniseer en filtreer. Pipetteer een aliquot van het filtraat van bij voorkeur 25 ml, dat ten hoogste 130 mg zwavelzuuranhydride ( $\text{SO}_2$ ) bevat, in een bekersglas van 750 ml. Voeg 4 ml zoutzuuroplossing (3.3) toe, breng het volume met water op circa 400 ml en homogeniseer. Indien de oplossing gekleurd is, voeg dan 1 g dinatriummethyleendiaminetetraacetaat dihydraat (3.4) toe en meng. Los op door omzwenken.

**4. Appareillage**

- 4.1. Agitateur rotatif, 35 à 40 rotations par minute
- 4.2. Bain-marie bouillant
- 4.3. Creuset filtrant de porcelaine, ouverture des pores de 5 à 15  $\mu\text{m}$   
Sécher le creuset immédiatement avant l'usage (4.4), laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,1 mg près.
- 4.4. Etuve réglée à une température de 140°C,  $\pm 5^\circ\text{C}$
- 4.5. Four électrique réglé à la température de 700°C,  $\pm 10^\circ\text{C}$

**5. Préparation de l'échantillon à analyser**

Voir Chapitre I.

**6. Mode opératoire****6.1. Extraction**

Peser à 1 mg près 2g de l'échantillon à analyser et l'introduire dans un ballon jaugé de 200 ml. Ajouter 100 ml d'eau et faire bouillir pendant 1 heure. Refroidir, porter à compléter avec de l'eau jusqu'au trait, homogénéiser et filtrer. Introduire à la pipette dans un bécher de 750 ml environ une aliquote de 25 ml de filtrat contenant au maximum 130 mg d'anhydride sulfurique ( $\text{SO}_3$ ). Ajouter 4 ml de solution d'acide chlorhydrique (3.3) et porter le volume à environ 400 ml avec de l'eau. Homogénéiser. Si la solution est colorée, ajouter 1 g de dihydrate de tétracétate de méthylènediamine disodique (3.4) et mélanger. Dissoudre en soumettant à des rotations.

### 6.2. Gravimetrische bepaling

Verwarm de oplossing tot koken en voeg al roerend 75 ml hete bariumchloride-oplossing (3.5) toe. Voeg enkele stukjes asvrij filtreerpapier toe en houd de vloeistof nog circa een half uur aan de kook. Plaats het bekglas op een kokend waterbad (4.2) en laat het neerslag gedurende 1½ uur bezinken. Filtreer de nog warme inhoud over de filtreerkroes (4.3). Was het neerslag met heet water tot praktisch chloorvrij. Droog de kroes aan de buitenzijde en de onderkant af met papier en plaats ze gedurende een half uur in de droogstoof (4.4). Gloei vervolgens in de moffeloven (4.5) gedurende 1 uur. Koel af tot kamertemperatuur in een exsiccator en weeg op 0,1 mg nauwkeurig.

### 6.3. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling op identieke wijze als voor het monster, met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan zwavel afkomstig van sulfaten, oplosbaar in water en uitgedrukt in massaprocenten zwavelzuuranhydride (SO<sub>3</sub>), met volgende formule :

$$W_{\text{SO}_3} = \frac{0,343 \cdot (M - M_0) \cdot v_e}{v_a \cdot m} \cdot 100 \%$$

waarin:

- $w_{\text{SO}_3}$  het gehalte aan zwavel afkomstig van sulfaten, oplosbaar in water, is, in % SO<sub>3</sub> (m/m)
- $M$  de massa van de kroes met het neerslag is, in g
- $M_0$  de massa van de lege kroes is, in g
- $v_e$  het volume van de extractie-oplossing is, in ml
- $v_a$  het volume van het aliquot van het filtraat is, in ml
- $m$  de massa van het analysemonster is, in g
- 0,343 de factor is voor omrekening van bariumsulfaat (BaSO<sub>4</sub>) naar zwavelzuuranhydride (SO<sub>3</sub>).



### 6.2. Détermination par gravimétrie

Porter la solution à ébullition et ajouter en agitant 75 ml d'une solution de chlorure de baryum bouillant (3.5). Ajouter quelques morceaux de papier filtre exempt de cendres et maintenir le liquide encore environ une demi-heure à ébullition. Placer le bécher avec son contenu sur un bain-marie bouillant (4.2) et laisser décanter pendant environ une heure et demie. Filtrer à chaud sur un creuset filtrant préalablement séché et taré (4.3). Laver le précipité à l'eau chaude jusqu'à ce qu'il soit pratiquement exempt de chlore. Essuyer l'extérieur et le dessous du creuset avec du papier et sécher pendant une demi-heure dans une étuve (4.4). Calciner ensuite pendant une heure dans un four (4.5). Refroidir dans un dessiccateur et peser le creuset avec son contenu à 0,1 mg près.

### 6.3. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc de la même manière que pour l'échantillon, uniquement avec les réactifs. Tenir compte du résultat de cet essai pour le calcul du résultat final.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en soufre soluble dans l'eau provenant de sulfates et exprimée en pour cent de masse d'anhydride sulfurique ( $\text{SO}_3$ ) selon la formule suivante:

$$W_{\text{SO}_3} = \frac{0,343 \cdot (M - M_0) \cdot v_e}{v_a \cdot m} \cdot 100 \%$$

dans laquelle:

$W_{\text{SO}_3}$  est la teneur en soufre soluble dans l'eau et provenant de sulfates, en % de  $\text{SO}_3$  (m/m)

M est la masse du creuset avec le précipité, en g

$M_0$  est la masse du creuset à vide, en g

$v_e$  est le volume de la solution d'extraction, en ml

$v_a$  est le volume de l'aliquot du filtrat, en ml

m est la masse de l'échantillon à analyser, en g

0,343 est le facteur de conversion du sulfate de barium de ( $\text{BaSO}_4$ ) à anhydride sulfurique ( $\text{SO}_3$ )

**8. Controlebepaling**

Verricht een controlebepaling onder dezelfde omstandigheden, waarbij echter het monster wordt vervangen door eenzelfde hoeveelheid natriumsulfaat (3.6). Het gehalte aan zwavel afkomstig van sulfaten, oplosbaar in water bedraagt 56,4 %.

**9. Opmerkingen**

- 9.1. Indien het monster organische stof bevat, dient het neerslag gedurende 2 uren bij 800° C te worden gegloeid
  
  - 9.2. Indien het gepipetteerde aliquot meer dan 2,5 mg nitraatstikstof bevat, voeg dan 25 ml zoutzuuroplossing (3.2) toe en meng. Damp in tot droog op een kokend waterbad (4.2). Los het residu op in circa 400 ml heet water. Koel af tot kamertemperatuur en voeg 4 ml zoutzuuroplossing (3.3) toe en homogeniseer. Handel verder zoals beschreven in de werkwijze onder 6.1.
-

**8. Contrôle de la méthode**

Effectuer l'analyse dans les mêmes conditions en remplaçant toutefois l'échantillon par une même quantité de sulfate de sodium (3.6.). La teneur en soufre soluble dans l'eau est de 56,4 %.

**9. Observations**

- 9.1. Si l'échantillon contient des matières organiques, le précipité doit être calciné pendant 2 heures à 800° C.
  
  - 9.2. Si l'aliquot introduite à la pipette contient plus de 2,5 mg d'azote nitrique, ajouter 25 ml de solution d'acide chlorhydrique (3.2) et mélanger. Evaporer à sec dans ou sur un bain-marie bouillant (4.2) et dissoudre le résidu dans environ 400 ml d'eau bouillante. Refroidir à température ambiante, ajouter 4 ml de solution d'acide chlorhydrique (3.3) et homogénéiser. Continuer selon le point 6.1.
-

**Methode BNL-S-2 :****Bepaling van zwavel in met zwavel omhulde ureum****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van zwavel in met zwavel omhulde ureum. Deze methode is enkel toepasbaar voor met zwavel omhulde ureum.

**2. Principe**

Elementaire zwavel wordt met koolstofdissulfide geëxtraheerd. Het extract wordt drooggedampt, en het residu gedroogd en gewogen.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

Koolstofdissulfide (CS<sub>2</sub>) (*GIFTIG en UITERST ONTVLAMBAAR!*)

**4. Apparatuur**

4.1. Extractietoestel, volgens Soxhlet of een gelijkwaardig principe, voorzien van vetvrije extractiehuizen

4.2. Filmverdamper met vacuüm-pomp

4.3. Droogstoof, voorzien van een ventilatiesysteem, ingesteld op 90°C

4.4. Extractiekolf van 100 ml, voorzien van een slijpstuk en enkele glaspereels  
Droog de kolf met de parels voor de aanvang van de proef in een droogstoof (4.3). Koel af in een exsiccator en weeg op 1 mg nauwkeurig.

**5. Bereiding van het analysemonster**

Zie Hoofdstuk I, punt 4.2. De bepaling wordt verricht in het fijngemaakte materiaal.

**Méthode BNL-S-2 :**  
**Détermination de la teneur en soufre dans l'urée enrobée de soufre**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour déterminer la teneur en soufre dans l'urée enrobée de soufre. La méthode s'applique exclusivement à l'urée enrobée de soufre.

**2. Principe**

Le soufre élémentaire est extrait au disulfure de carbone. L'extrait est évaporé et le résidu est pesé après séchage.

**3. Réactifs et accessoires**

Disulfure de carbone ( $CS_2$ ) (*TOXIQUE ET EXTREMEMENT INFLAMMABLE!*)

**4. Appareillage**

4.1. Extracteur selon Soxhlet ou appareil équivalent, pourvu de cartouches à extraction exemptes de matière grasse

4.2. Evaporateur rotatif sous vide

4.3. Etuve pourvue d'un système de ventilation, réglée à 90°C

4.4. Ballon d'extraction de 100 ml, pourvu d'un col rodé et de quelques perles de verre

Sécher le ballon contenant les perles avant de commencer l'analyse dans une étuve (4.3.). Refroidir dans un dessiccateur et peser à 1 mg près.

**5. Préparation de l'échantillon**

Voir chapitre I point 4.2. La détermination est effectuée sur un échantillon broyé.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Werkwijze voor het monster

Weeg 2 g van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig en breng dit in een extractiehuls (4.1). Bedek het monster met een propje vetvrije watten. Breng de huls in het extractietoestel (4.1) en extraheer met 30 ml koolstofdисульфide (3.1) gedurende 6 uur. Vang het extract op in een extractiekolf (4.4).

Bevestig daarna de kolf aan de filmverdamer (4.2). Verminder de druk en verdamp het oplosmiddel volledig. Droog de kolf nadien gedurende 1 uur in de droogstoof (4.3). Koel af in een exsiccator en weeg op 1 mg nauwkeurig.

### 6.2. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling op identieke wijze als voor het monster, met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan zwavel in met zwavel omhulde ureum, uitgedrukt in massaprocenten zwavel (S) met volgende formule :

$$w_s = \frac{(M - M_0)}{m} \cdot 100 \%$$

waarin :

$w_s$  het gehalte aan zwavel in met zwavel omhulde ureum is, in % S (m/m)

M de massa van de extractiekolf met het gedroogde residu is, in g

$M_0$  de massa van de extractiekolf is vóór de aanvang van de proef, in g

m de massa van het analysemonster is, in g

-----

## 6. Mode opératoire

### 6.1. Mode opératoire pour l'échantillon

Introduire 2 g d'échantillon, pesé à 1 mg près, dans une cartouche à extraction (4.1), et recouvrir la prise d'essai d'un tampon de coton dégraissé. Placer la cartouche dans l'extracteur (4.1). Extraire avec 30 ml de disulfure de carbone (3) pendant 6 heures, l'extrait étant recueilli dans un ballon d'extraction (4.4).

Adapter le ballon à l'évaporateur (4.2.). Réduire la pression et évaporer complètement le solvant. Sécher le ballon dans l'étuve pendant 1 h (4.3). Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 1mg près.

### 6.2. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc de la même manière que pour l'échantillon, uniquement avec les réactifs. Tenir compte du résultat de cet essai pour le calcul du résultat final.

## 7 Calcul

Calculer la teneur en soufre dans l'urée enrobée de soufre, exprimée en pour cent de masse de soufre (S), selon la formule suivante :

$$w_s = \frac{(M - M_0)}{m} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

$w_s$  est la teneur en soufre de l'urée enrobée de soufre, en % S (m/m)

M est la masse du ballon d'extraction avec le résidu sec, en g

$M_0$  est la masse du ballon d'extraction avant le début de l'analyse, en g

m est la masse de l'échantillon à analyser, en g

---

**Methode BNL-Na-1 :**  
**Bepaling van natrium, oplosbaar in water**

**1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan natrium oplosbaar in water. Deze methode is toepasbaar voor alle producten opgenomen in hoofdstuk I van Bijlage I van de Reglementering, waarvoor een garantie mag worden gegeven voor het gehalte aan natriumoxide, oplosbaar in water.

**2. Principe**

De natriumzouten worden met water in oplossing gebracht. Opgeloste organische stof wordt met broomwater verwijderd en het gehalte aan natrium vlamfotometrisch bepaald in aanwezigheid van cesiumchloride en aluminiumnitraat.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

**3.1. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$**

Voeg 500 ml zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ , toe aan 500 ml water. Meng en koel af.

**3.2. Verzadigde oplossing van broom in water (broomwater)**

Voeg 100 ml water toe aan 5 g broom (*GIFTIG !*) en schud krachtig. Hef regelmatig en voorzichtig de overdruk op.

**3.3. Cesiumchloride ( $\text{CsCl}$ )**

**3.4. Aluminiumnitraat nonahydraat [ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ]**

**3.5. Bufferoplossing:**

Los 50 g cesiumchloride (3.3) en 250 g aluminiumnitraat nonahydraat (3.4) op in water, vul aan met water tot 1000 ml en meng. Bewaar deze oplossing in een plastic fles.

**3.6. Watervrij natriumchloride ( $\text{NaCl}$ )**

Droog het natriumchloride direct voor gebruik gedurende 2 uur bij  $300^\circ \text{C}$ . Koel af tot kamertemperatuur in een exsiccator.



**BNL-Na-1 :****Détermination de la teneur en sodium soluble dans l'eau****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit la détermination de la teneur en sodium soluble dans l'eau. Elle est applicable à tous les produits mentionnés dans le chapitre I de la Réglementation pour lesquels une garantie peut être donnée pour la teneur en oxyde de sodium soluble dans l'eau.

**2. Principe**

Les sels sodiques sont mis en solution avec de l'eau. La substance organique est éliminée avec de l'eau bromée et la teneur en sodium est déterminée par photométrie de flamme en présence de chlorure de césium et de nitrate d'aluminium.

**3. Réactifs et accessoires****3.1. Acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$** 

Ajouter 500 ml d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCL}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $p_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$ , à 500 ml d'eau. Mélanger et refroidir.

**3.2. Solution saturée de brome dans l'eau (eau bromée)**

Ajouter 100 ml d'eau à 5 g de brome (TOXIQUE !) et secouer vigoureusement. Eliminer régulièrement et prudemment la surpression

**3.3. Chlorure de césium ( $\text{CsCl}$ )****3.4. Nitrate d'aluminium nonahydraté [ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ]****3.5. Solution tampon**

Dissoudre 50 grammes de chlorure de césium (3.3) et 250 grammes de nitrate d'aluminium nonahydraté (3.4) dans de l'eau, porter à 1000 ml avec de l'eau et mélanger. Conserver cette solution dans un flacon en matière synthétique

**3.6. Chlorure de sodium déshydraté ( $\text{NaCl}$ )**

Sécher le chlorure de sodium directement avant usage pendant 2 heures à  $300^\circ \text{C}$ . Refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

**3.7. Natrium-standaardoplossing, 1000 mg Na/l**

Los 2.542 g natriumchloride (3.6) op in water, voeg 5 ml zoutzuur (3.1) toe, vul aan met water tot 1000 ml en meng. Bewaar deze oplossing in een plastic fles.

**4. Apparatuur**

4.1. Roteerapparaat, 35 à 40 omwentelingen per minuut

4.2. Vlamfotometer geschikt voor de bepaling van natrium bij een golflengte van 589 nm

Voor de instellingen van het toestel en het uitvoeren van de metingen dienen de aanbevelingen van de fabricant strikt nageleefd te worden.

**5. Bereiding van het analysemonster**

Zie Hoofdstuk I.

**6. Werkwijze****6.1. Extractie**

Weeg 5 g van het analysemonster tot op 1 mg nauwkeurig, en breng dit in een maatkolf van 500 ml. Voeg circa 400 ml water toe. Plaats de kolf in het roteerapparaat (4.1) en laat gedurende een half uur roteren. Vul met water aan tot 500 ml en meng.

**6.2. Bereiding van de oplossing voor de eigenlijke bepaling****6.2.1. Bij afwezigheid van organische stof**

Filtreer het extract. Pipetteer 50 ml van het filtraat in een maatkolf van 500 ml, voeg 30 ml zoutzuur (3.1) toe, vul met water aan tot 500 ml en meng.

- 3.7. Solution standard de sodium, 1000 mg Na/l  
Dissoudre 2,542 grammes de chlorure de sodium (3.6) dans l'eau, ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (3.1), porter à 1000 ml avec de l'eau et mélanger.

**4. Appareillage**

- 4.1. Agitateur rotatif, 35 à 40 rotations par minute
- 4.2. Photomètre à flamme approprié pour des mesures à une longueur d'onde de 589 nm  
Il faut suivre rigoureusement les recommandations du fabricant pour le réglage de l'appareil et l'exécution des mesures.

**5. Préparation de l'échantillon à analyser**

Voir Chapitre I.

**6. Mode opératoire**

**6.1. Extraction**

Introduire environ 5 grammes de l'échantillon à analyser - pesé à 1 mg près - dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter environ 400 ml d'eau. Placer le ballon dans un agitateur rotatif (4.1) et le soumettre à des rotations pendant une demi-heure. Porter à 500 mg avec de l'eau et mélanger.

**6.2. Préparation de la solution pour la détermination proprement dite**

**6.2.1. En l'absence de matière organique**

Filter la solution. Introduire à l'aide d'une pipette 50 ml du filtrat dans un ballon jaugé de 500 ml, ajouter 300 ml d'acide chlorhydrique (3.3), porter à 500 ml avec de l'eau et mélanger.

#### 6.2.2. Bij aanwezigheid van organische stof

Laat het extract gedurende 1 uur bezinken. Pipetteer 50 ml van de bovenstaande vloeistof in een bekersglas van 300 ml. Voeg 30 ml zoutzuur (3.1) toe en 10 ml broomwater (3.2) en zwenk om. Kook gedurende een half uur. Koel af en spoel de oplossing met water over in een maatkolf van 500 ml. Vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer (zie opmerking).

#### 6.2.3. Eigenlijke bepaling

Pipetteer van de volgens 6.2.1 of 6.2.2 verkregen heldere oplossing een aliquot deel, dat ten hoogste 1 mg natrium bevat, in een maatkolf van 100 ml. Voeg 10 ml bufferoplossing (3.5) toe, vul met water aan tot 100 ml en meng. Bepaal de vlamemissie-intensiteit m.b.v. de vlamfotometer (4.2).

#### 6.2.4. Blancobepaling

Verricht een blancobepaling op identieke wijze als voor het monster, met alleen de reagentia. Houd met de uitkomst van deze bepaling rekening bij de berekening van het eindresultaat.

#### 6.2.5. Calibratiecurve

Pipetteer 10 ml van de standaardoplossing (3.7) in een maatkolf van 250 ml, vul met water aan tot de maatstreep en meng. Pipetteer van deze oplossing resp. 0; 5; 10; 15; 20 en 25 ml in een serie maatkolven van 100 ml. Voeg aan elke kolf 10 ml bufferoplossing (3.5) toe, vul met water aan tot 100 ml en meng. De concentratie in de calibratieoplossingen bedraagt resp. 0; 2; 4; 6; 8 en 10 mg Na/l. Bepaal de vlamemissie-intensiteit van deze oplossingen. Stel een calibratiecurve op door de intensiteit uit te zetten als functie van de natriumconcentratie. Bepaal hieruit de concentratie in de monster- en de blanco-oplossing.

#### 6.2.2. En présence de matière organique

Laisser sédimenter la solution pendant 1 heure. Introduire à l'aide d'une pipette 50 ml du liquide susmentionné dans un becher de 300 ml. Ajouter 30 ml d'acide chlorhydrique (3.1) et 10 ml d'eau bromée (3.2) et soumettre à des rotations. Laisser bouillir pendant une demi-heure. Laisser refroidir et rincer la solution à l'eau dans un ballon jaugé de 500 ml. Porter à 500 ml avec de l'eau, mélanger et filtrer (cf. observations).

#### 6.2.3. Détermination proprement dite

Introduire à l'aide d'une pipette une partie aliquote de la solution limpide obtenue selon 6.2.1 ou 6.2.2 contenant au maximum 1 mg de sodium dans un ballon jaugé de 100 ml. Ajouter 10 ml de solution tampon (3.5), porter à 100 ml avec de l'eau et mélanger. Déterminer l'intensité de l'émission de la flamme à l'aide du photomètre de flamme (4.2).

#### 6.2.4. Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc comme pour l'échantillon exclusivement avec le réactif. Calculer le résultat final en tenant compte du résultat de cette détermination.

#### 6.2.5. Courbe de calibrage

Introduire à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution standard (3.7) dans un ballon jaugé de 250 ml, porter au trait avec de l'eau et mélanger. Introduire à l'aide d'une pipette 0; 5; 10; 15; 20 et 25 ml de cette solution dans des ballons jaugés de 100 ml. Ajouter à chaque ballon 10,0 ml de solution tampon (3.5), porter à 100 ml avec de l'eau et mélanger. Ces solutions contiennent respectivement 0; 0,2 ; 0,4; 0,6; 0,8 et 1,0 mg de sodium. Déterminer l'intensité de l'émission de la flamme de ces solutions. Etablir une courbe de calibrage en considérant l'intensité comme une fonction de la concentration de sodium. Déterminer sur cette base la concentration dans la solution de l'échantillon et la solution à blanc.

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan natrium oplosbaar in water, uitgedrukt in massaprocenten natriumoxyde ( $\text{Na}_2\text{O}$ ), met behulp van de volgende formule :

$$W_{\text{Na}_2\text{O}} = \frac{(C_m - C_b) \cdot f \cdot D \cdot v_e}{m \cdot 10^6} \cdot 100 \%$$

waarin :

- $W_{\text{Na}_2\text{O}}$  het gehalte aan natrium oplosbaar in water is, in %  $\text{Na}_2\text{O}$  (m/m)  
 $C_m$  de concentratie aan natrium in de monsteroplossing is, in mg Na/l  
 $C_b$  de concentratie aan natrium in de blanco-oplossing is, in mg Na/l  
 $f$  de omrekeningsfactor van natrium (Na) naar natriumoxyde ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) is. Deze bedraagt 1,348  
 $D$  de verdunningsfactor is, rekening houdend met de opeenvolgende stappen waarbij de extractieoplossing verdund wordt tot de meetoplossing  
 $v_e$  het volume van de extractieoplossing is, in ml  
 $m$  de massa van het analysemonster is, in g

## 8. Opmerking

Indien het niet mogelijk is op de onder 6.2.2 aangegeven werkwijze een helder filtraat te verkrijgen, dient 50 ml van de bovenstaande vloeistof in een schaal te worden drooggedampt bij 140 °C. Sluit de schaal na één uur af met een deksel en veras gedurende 3 uren bij 550 °C. Spoel na afkoelen het deksel met 30 ml zoutzuur (3.1) af, verzamel het zoutzuur in de schaal en plaats de schaal gedurende 30 minuten op een kokend waterbad. Breng de inhoud daarna met water over in een maatkolf van 500 ml. Koel af en vul met water aan tot 500 ml, meng en filtreer. Handel verder als is beschreven onder 6.2.3.

### 7. Calcul

Calculer la teneur en sodium, exprimée en pour cent de masse d'oxyde de sodium ( $\text{Na}_2\text{O}$ ), selon la formule suivante:

$$W_{\text{Na}_2\text{O}} = \frac{(C_m - C_b) \cdot f \cdot D \cdot v_e}{m \cdot 10^6} \cdot 100 \%$$

dans laquelle:

$W_{\text{Na}_2\text{O}}$  est la teneur en sodium (%  $\text{Na}_2\text{O}$  m/m) soluble dans l'eau

$C_m$  est la concentration en sodium en mg Na/l de la solution-échantillon

$C_b$  est la concentration en sodium en mg Na/l de la solution-témoin

$f$  est le facteur de conversion de sodium (Na) en oxyde de sodium ( $\text{Na}_2\text{O}$ ).

Celui-ci s'élève à 1,348

$D$  est le facteur de dilution compte tenu des étapes successives de dilution de la solution de l'extrait jusqu'à la solution à mesurer

$v_e$  est le volume en ml de la solution d'extraction

$m$  est la masse en g de l'échantillon à analyser

### 8. Observations

S'il n'est pas possible d'obtenir un filtrat limpide selon la méthode définie sous 6.2.2, il convient d'évaporer à sec 50 ml du liquide susmentionné dans une capsule à 140° C. Obturer la capsule avec un couvercle et incinérer pendant 3 heures à 550° C. Rincer après refroidissement le couvercle avec 30 ml d'acide chlorhydrique (3.1), recueillir l'acide chlorhydrique dans la capsule et placer cette dernière pendant 30 minutes dans un bain-marie bouillant. Transvaser ensuite le contenu avec de l'eau dans un ballon jaugé de 500 ml. Porter à 500 ml avec de l'eau après refroidissement, mélanger et filtrer. Pour la suite des opérations, se référer à la description sous 6.2.3.

## HOOFDSTUK VI

### DIVERSE BEPALINGEN

#### Methode BNL-DIV-1 : Bepaling van organische stof

##### 1. Doel en toepassingsgebied

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan organische stof. Deze methode is toepasbaar voor alle producten opgenomen in Bijlage I van de Reglementering, waarvoor een garantie mag worden gegeven voor het gehalte aan organische stof.

##### 2. Principe

Het analysemateriaal wordt met een oplossing van trichloorazijnzuur behandeld. Na centrifugeren en verwijderen 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.

##### 3. Reagentia en hulpmiddelen

- 3.1. Trichloorazijnzuur ( $\text{CCl}_3\text{COOH}$ ), watervrij (*GIFTIG!*)
- 3.2. Trichloorazijnzuur -oplossing ,  $c(\text{CCl}_3\text{COOH}) = 1,22 \text{ mol/l}$   
Los 200 g trichloorazijnzuur (3.1.) op in 1000 ml water.
- 3.3. Asvrij vouwfilter, diameter ca. 18,5 cm

##### 4. Apparatuur

- 4.1. Centrifuge geschikt voor het ontwikkelen van een relatieve centrifugale kracht van 1500 g met centrifugebuizen van ruim 50 ml inhoud
- 4.2. Platina schaal van ongeveer 100 ml inhoud
- 4.3. Electriche droogstoof met regelbare temperatuur
- 4.4. Electriche moffeloven met regelbare temperatuur



## CHAPITRE VI

### DETERMINATION DIVERSES

#### Méthode BNL-DIV-1 :

#### Détermination de la teneur en matières organiques

##### 1. Objet et domaine d'application

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en matières organiques. Cette méthode est applicable à tous les produits figurant dans l'annexe I de la Réglementation pour lesquels une garantie peut être donnée pour la teneur en matières organiques.

##### 2. Principe

Le matériel à analyser est traité avec une solution d'acide trichloracétique. 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.

##### 3. Réactifs et accessoires

- 3.1. Acide trichloracétique ( $\text{CCl}_3\text{COOH}$ ) anhydre (*TOXIQUE !*)
- 3.2. Solution d'acide trichloracétique,  $c(\text{CCl}_3\text{COOH}) = 1,22 \text{ mol/l}$   
Dissoudre 200 g d'acide trichloracétique (3.1) dans 1000 ml d'eau.
- 3.3. Filtre plissé exempt de cendres, diamètre environ 18,5 cm

##### 4. Appareillage

- 4.1. Centrifugeuse capable de développer une force centrifuge relative de 1500 g avec tubes de centrifugation d'une contenance de plus de 50 ml
- 4.2. Capsule en platine d'une contenance de 100 ml environ
- 4.3. Etuve électrique à température réglable
- 4.4. Four à moufle électrique à température réglable

## 5. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Algemene werkwijze

Weeg 1,5 g van het analysemonster af op 1 mg nauwkeurig en breng dit in een centrifugebuis (4.1.). Voeg 50 ml van de trichloorazijnzuur-oplossing (3.2.) toe. Laat een half uur staan en roer om de 10 minuten voorzichtig met een roerstaafje. Spoel het roerstaafje met een weinig water af en centrifugeer met een relatieve kracht van tenminste 1500 g gedurende 15 minuten. Filtreer de bovenstaande vloeistof door een vouwfilter (3.3.) en spoel het residu met water over in een platina schaal (4.2.). Breng ook het residu in de centrifugebuis met water over in de schaal. Damp in een zuurkast in tot droog op een kokend waterbad.

Droog de schaal met inhoud vervolgens in een droogstoof (4.3.) gedurende 3 uren bij  $140^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ . Koel af in een exsiccator en weeg tot 1 mg nauwkeurig. Verkool vervolgens langzaam en voorzichtig op een gasvlam en voltooi de verassing door de schaal gedurende 2 uren in een moffeloven (4.3.) bij  $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$  te plaatsen. Koel af in een exsiccator en weeg opnieuw tot 1 mg nauwkeurig.

### 6.2. Werkwijze voor vloeibare, stroopachtige of pastavormige producten

Weeg een hoeveelheid van het analysemonster van ten hoogste 25 g, 1 à 2 g droge stof bevattend, af op 1 mg nauwkeurig en breng dit in een centrifugebuis (4.1.). Voeg 10 mg trichloorazijnzuur (3.1.) toe en daarna water tot een totaalvolume van circa 50 ml. Vervolg zoals beschreven is in de algemene werkwijze.

## 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Voir Chapitre I.

## 6. Mode opératoire.

### 6.1. Mode opératoire général

Peser à 1 mg près 1,5 g de l'échantillon à analyser et introduire cette quantité dans un tube de centrifugation (4.1). Ajouter 50 ml de la solution d'acide trichloracétique (3.2). Laisser reposer une demi-heure et agiter prudemment toutes les 10 minutes à la baguette. Rincer la baguette avec un peu d'eau, et centrifuger durant 15 minutes avec une force relative d'au moins 1500 g. Filtrer le liquide surnageant sur un filtre plissé (3.3) et transvaser le résidu avec de l'eau dans une capsule en platine (4.2). Transférer aussi le résidu du tube de centrifugation avec de l'eau dans la capsule. Evaporer à sec dans un bain-marie bouillant sous une hotte de laboratoire.

Sécher ensuite la capsule avec son contenu dans une étuve (4.3) pendant 3 heures à  $140^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ . Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 1 mg près. Carboniser lentement et soigneusement sur un brûleur à gaz et achever la calcination en plaçant la capsule pendant 2 heures dans un four à moufle (4.3) à  $550^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ . Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à nouveau à 1 mg près.

### 6.2. Mode opératoire pour les produits liquides, sirupeux ou pâteux

Peser à 1 mg près une prise d'essai de maximum 25 g contenant 1 à 2 g de matière sèche et l'introduire dans un tube de centrifugation (4.1). Ajouter 10 g d'acide trichloracétique (3.1.) et puis de l'eau jusqu'à l'obtention d'un volume total de 50 ml environ. Poursuivre comme décrit dans le mode opératoire général.

**7. Berekening**

Bereken het gehalte aan organische stof uitgedrukt in massaprocenten met volgende formule :

$$W_{\text{os}} = \frac{(M_d - M_a)}{m} \cdot 100 \%$$

waarin :

$W_{\text{os}}$  het gehalte aan organische stof is, in % (m/m)

$M_d$  de massa van de schaal met het droge residu is, in g

$M_a$  de massa van de schaal met de asrest is, in g

$m$  de massa van het analysemonster is, in g

**8. Opmerking**

Het gehalte aan organische stof wordt verkregen door toepassing van deze conventionele methode met trichloorazijnzuur. Door het gebruik van trichloorazijnzuur wordt het gemakkelijk oplosbaar organisch materiaal met geringe landbouwkundige waarde vooraf verwijderd. Ook nitraatzouten die een storende invloed op de verassing kunnen hebben, worden verwijderd.

---

**7. Calcul**

Calculer la teneur en matières organiques, exprimée en % de la masse, selon la formule suivante :

$$W_{mo} = \frac{(M_d - M_a)}{m} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

$W_{mo}$  est la teneur en matières organiques, en % (m/m)

$M_d$  est la masse de la capsule avec le résidu sec, en g

$M_a$  est la masse de la capsule avec le résidu de calcination, en g

$m$  est la masse de la prise d'essai, en g

**8. Observation**

La teneur en matières organiques est obtenue en appliquant cette méthode conventionnelle à l'acide trichloracétique. L'utilisation de l'acide trichloracétique permet d'éliminer préalablement la matière organique facilement soluble à faible valeur agronomique ainsi que les nitrates susceptibles de perturber la calcination.

---

**Methode BNL-Div-2 :  
Bepaling van het gehalte aan droge stof**

**1 Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan droge stof. Deze methode is toepasbaar voor alle producten opgenomen in Bijlage I van de Reglementering.

**2 Principe**

Het monster wordt gedurende 5 uur bij 105 °C gedroogd. De massa van de droogrest is een maat voor het gehalte aan droge stof.

**3 Reagentia en hulpmiddelen**

3.1. Natriumhydroxide (NaOH), in pellets

3.2. Silicagel, watervrij, gekorrelt met deeltjesgrootte van 2 à 5 mm, met vochtigheidsindicator

Activeer de silicagel, indien nodig, onmiddellijk voor gebruik door ongeveer 100 g in een verdampingsschaal (4.1) te plaatsen en deze gedurende 2 uur bij 105 °C te verwarmen.

3.3. Zeezand, als volgt voorbehandeld

Suspendeer het zand in een zoutzuuroplossing ( $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ ) en was met gedemineraliseerd water tot zuurvrij. Droog het nadien in een droogstoof en gloei bij 650° C in een moffeloven.

**Méthode BNL-Div-2 :**  
**Détermination de la teneur en matière sèche**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en matière sèche. La méthode est applicable à tous les produits figurant dans l'annexe I de la Réglementation.

**2. Principe**

L'échantillon est séché pendant 5 heures à 105° C. La masse du résidu sec constitue une mesure pour la détermination de la teneur en matière sèche.

**3. Réactifs et accessoires**

3.1. Hydroxyde de sodium (NaOH), en pastilles

3.2. Silicagel, anhydre, en granules d'un diamètre de 2 à 5 mm, avec indicateur de saturation

Activer, si nécessaire, le silicagel immédiatement avant usage en disposant environ 100 g dans une capsule d'évaporation (4.1) que l'on chauffe pendant 2 heures à 105°C.

3.3. Sable de mer, traité préalablement comme suit

Suspendre le sable dans une solution d'acide chlorhydrique ( $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$ ) et le laver avec de l'eau déminéralisée jusqu'à élimination complète de l'acidité. Sécher ensuite dans une étuve et calciner à 650° C dans un four à moufle.

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Glazen, porceleinen of metalen verdampingschaal
- 4.2. Droogstoof, met regelbare temperatuur
- 4.3. Exsiccator, voorzien van een schaal met natriumhydroxide (3.1)
- 4.4. Exsiccator, voorzien van een schaal met silicagel (3.2)
- 4.5. Vochtdoosjes, diameter 70 mm tot 80 mm, voorzien van een deksel.

#### 5. Bereiding van het analysemonster

##### 5.1. Algemene werkwijze

Zeef het monster met behulp van een zeef met openingen van 1 mm en maal het residu totdat het volledig door de zeef gaat. Bij aanwezigheid van kalium- en/of magnesiumzouten dient het monster te worden gemalen tot het een zeef met openingen van 0,5 mm passeert. Meng het aldus verkregen monstermateriaal.

##### Opmerking

*De meststoffen genoemd in hoofdstuk 1 onder paragraaf 4.1 mogen niet worden fijngemaakt.*

##### 5.2. Bijzondere gevallen

###### 5.2.1. Werkwijze voor vloeibare, stroopachtige en pastavormige producten.

Homogeniseer het analysemonster zorgvuldig door schudden of roeren.

###### 5.2.2. Werkwijze voor vochtige producten die tijdens de bereiding van het analysemonster vocht kunnen verliezen.

Weeg 100 g van het monster tot 0,1 g nauwkeurig (massa  $M_1$ ) en breng dit in een verdampingschaal (4.1), die tevoren eveneens tot 0,1 g nauwkeurig is gewogen (massa  $M_0$ ). Plaats de schaal in een droogstoof (4.2.) bij  $70^\circ \text{C} \pm 3^\circ \text{C}$  en verwarm totdat het grootste gedeelte van het vocht is verwijderd. Neem de schaal uit de stoof, laat gedurende twee uur aan de lucht afkoelen en weeg tot 0,1 g nauwkeurig (massa  $M_2$ ). Handel verder als bij 5.1.



#### 4. Appareillage

- 4.1. Capsule d'évaporation en verre, en porcelaine ou en métal
- 4.2. Etuve à température réglable
- 4.3. Exsiccateur muni d'une capsule avec de l'hydroxyde de sodium (3.1)
- 4.4. Exsiccateur muni d'une capsule avec du silicagel (3.2)
- 4.5. Pèse-filtres d'un diamètre de 70 à 80 mm munis d'un couvercle.

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

##### 5.1. Méthode générale

Tamiser l'échantillon à l'aide d'un tamis à ouverture de mailles de 1 mm et moule le résidu jusqu'à ce qu'il traverse entièrement le tamis. En présence de sels de potassium et/ou de magnésium, l'échantillon doit être moulu jusqu'à ce qu'il traverse un tamis à ouverture de mailles de 0,5 mm. Mélanger le matériel à analyser ainsi obtenu.

##### Observation

*Les engrais cités au paragraphe 4.1 du chapitre I ne peuvent être pulvérisés.*

##### 5.2. Cas particuliers

###### 5.2.1. Mode opératoire pour les produits liquides, sirupeux et pâteux

Homogénéiser soigneusement l'échantillon destiné à l'analyse à l'aide d'une baguette ou par agitation.

###### 5.2.2. Mode opératoire pour produits humides susceptibles de perdre de l'humidité lors de la préparation de l'échantillon destiné à l'analyse

Peser 100 g de l'échantillon à 0,1 g près (masse  $M_1$ ) et introduire cette quantité dans une capsule d'évaporation (4.1), préalablement pesée elle aussi à 0,1 g près (masse  $M_0$ ). Placer la capsule dans une étuve à 70°C +/- 3°C et chauffer jusqu'à élimination de la majeure partie de l'humidité. Retirer la capsule de l'étuve, laisser refroidir à l'air pendant deux heures et peser à 0,1 g près (masse  $M_2$ ). Poursuivre selon la méthode 5.1.

5.2.3. Werkwijze voor vochtige producten die tijdens de bereiding van het analysemonster vocht kunnen verliezen en tevens kooldioxide kunnen opnemen

Weeg 100 g van het monster tot 0,1 g nauwkeurig (massa  $M_1$ ) en breng dit in een verdampingsschaal (4.1), die tevoren eveneens tot 0,1 g nauwkeurig is gewogen (massa  $M_0$ ). Plaats de schaal in een exsiccator (4.3) tot het grootste gedeelte van het vocht is verwijderd. Neem de schaal uit de exsiccator en weeg tot 0,1 g nauwkeurig (massa  $M_2$ ). Handel verder als bij 5.1.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Werkwijze voor de gevallen 5.1, 5.2.2 en 5.2.3

Weeg 5 g van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig (massa  $m_1$ ) en breng dit in een vochtdoosje (4.5), dat tevoren eveneens op 1 mg nauwkeurig is gewogen (massa  $m_0$ ). Plaats het doosje en deksel gedurende 5 uur in een droogstoof (4.2.) bij  $105^\circ \text{C} \pm 2^\circ \text{C}$ . Sluit het vochtdoosje, plaats het in een exsiccator (4.4), laat afkoelen en weeg op 1 mg nauwkeurig (massa  $m_2$ ).

### 6.2. Werkwijze voor vloeibare producten

Weeg 25 g van het analysemonster op 0,01 g nauwkeurig (massa  $m_1$ ) en breng dit in een verdampingsschaal (4.1), die tevoren eveneens op 0,01 g nauwkeurig is gewogen (massa  $m_0$ ). Plaats de schaal op een kokend waterbad en damp het analysemonster in tot nagenoeg droog. Plaats de schaal vervolgens gedurende 5 uur in een droogstoof (4.2.) bij  $105^\circ \text{C} \pm 2^\circ \text{C}$ . Koel de schaal af in een exsiccator (4.4), en weeg op 0,01 g nauwkeurig (massa  $m_2$ ).

5.2.3. Mode opératoire 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

Peser 100 g de l'échantillon à 0,1 g près (masse  $M_1$ ) et introduire cette quantité dans une capsule d'évaporation (4.1), préalablement pesée elle aussi à 0,1 g près (masse  $M_0$ ). Placer la capsule dans un exsiccateur (4.3) jusqu'à élimination de la majeure partie de l'humidité. Retirer la capsule de l'exsiccateur et peser à 0,1 g près (masse  $M_2$ ). Poursuivre selon la méthode 5.1.

## 6. Mode opératoire

6.1. Mode opératoire pour les cas visés aux points 5.1, 5.2.2 et 5.2.3

Peser à 1 mg près 5 g de l'échantillon destiné à l'analyse (masse  $m_1$ ) et introduire cette quantité dans un pèse-filtre (4.5), préalablement pesé lui aussi à 1 mg près (masse  $m_0$ ). Placer le pèse-filtre et le couvercle pendant 5 heures dans une étuve à  $105^\circ \text{C} \pm 2^\circ \text{C}$ . Fermer le pèse-filtre, le placer dans un exsiccateur (4.4), laisser refroidir et peser à 1 mg près (masse  $m_2$ ).

6.2. Mode opératoire pour les produits liquides

Peser à 0,01 g près 25 g de l'échantillon destiné à l'analyse (masse  $m_1$ ) et introduire cette quantité dans une capsule d'évaporation (4.1), préalablement pesée elle aussi à 0,01 g près (masse  $m_0$ ). Placer la capsule dans un bain-marie bouillant jusqu'à dessiccation presque complète. Placer ensuite la capsule pendant 5 heures dans une étuve à  $105^\circ \text{C} \pm 2^\circ \text{C}$ . Refroidir la capsule dans un exsiccateur (4.4) et peser à 0,01 g près (masse  $m_2$ ).

### 6.3. Werkwijze voor pastavormige en stroopachtige producten

Breng 5 g zeezand (3.3) in een vochtdoosje (4.5) en weeg op 1 mg nauwkeurig (massa  $m_0$ ). Weeg 5 g van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig (massa  $m_1$ ) en breng dit in het vochtdoosje (4.5). Meng het monster met behulp van een mengstaafje met het zand. Spoel het staafje af met een minimale hoeveelheid water. Plaats het doosje en deksel gedurende 5 uur in een droogstoof (4.2.) bij  $105^\circ \pm 2^\circ$  C. Sluit het vochtdoosje, plaats het in een exsiccator (4.4), laat afkoelen en weeg op 1 mg nauwkeurig (massa  $m_2$ ).

## 7. Berekening

Bereken het gehalte aan droge stof uitgedrukt in massaprocenten met volgende formules :

### 7.1. Indien het monster rechtstreeks werd gedroogd

$$w_{DS} = \frac{(m_2 - m_0)}{m_1} \cdot 100 \%$$

waarin :

$w_{DS}$  het gehalte aan droge stof is, in % (m/m)

$m_0$  de massa is van het vochtdoosje, eventueel met zeezand, of van de verdampingsschaal, in g

$m_1$  de massa van het analysemonster is, in g

$m_2$  de massa is van het vochtdoosje of de verdampingsschaal met de droogrest, in g

### 7.2. Indien een voordroging werd toegepast bij de bereiding van het analysemonster (gevallen 5.2.2 en 5.2.3) :

$$w_{DS} = \frac{(M_2 - M_0)}{M_1} \cdot \frac{(m_2 - m_0)}{m_1} \cdot 100 \%$$

6.3. Mode opératoire pour les produits à consistance pâteuse ou sirupeuse

Placer 5 g de sable de mer (3.3) dans un pèse-filtre (4.5) et peser à 1 mg près (masse  $m_0$ ). Peser aussi à 1 mg près 5 g de l'échantillon destiné à l'analyse (masse  $m_1$ ) et introduire cette quantité dans le pèse-filtre (4.5). Mélanger l'échantillon à l'aide de la baguette avec le sable. Rincer la baguette avec une quantité minimale d'eau. Placer le pèse-filtre et le couvercle pendant 5 heures dans une étuve à  $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ . Fermer le pèse-filtre, le placer dans un exsiccateur (4.4), laisser refroidir et peser à 1 mg près (masse  $m_2$ ).

7. Calcul

Calculer la teneur en matière sèche, exprimée en % de la masse, selon les formules suivantes :

7.1. S'il y a eu dessiccation directe de l'échantillon :

$$W_{MS} = \frac{(m_2 - m_0)}{m_1} \cdot 100 \%$$

Dans cette formule :

$W_{MS}$  = la teneur en matière sèche, en % (m/m)

$m_0$  = la masse en g du pèse-filtre, éventuellement avec le sable de mer, ou de la capsule d'évaporation

$m_1$  = la masse en g de l'échantillon destiné à l'analyse

$m_2$  = la masse en g du pèse-filtre ou de la capsule d'évaporation avec le résidu sec

7.2. S'il y a eu prédessiccation lors de la préparation de l'échantillon destiné à l'analyse (les cas 5.2.2 et 5.2.3) :

$$W_{MS} = \frac{(M_2 - M_0)}{M_1} \cdot \frac{(m_2 - m_0)}{m_1} \cdot 100 \%$$

waarin :

- $W_{DS}$  het gehalte aan droge stof is, in % (m/m)
- $M_0$  de massa van de verdampingsschaal is, in g
- $M_1$  de massa van het monster is, genomen bij de bereiding van het analysemonster, in g
- $M_2$  de massa is van de verdampingsschaal met de droogrest, in g
- $m_0$  de massa is van het vochtdoosje, eventueel met zeezand, of van de verdampingsschaal, in g
- $m_1$  de massa van het analysemonster is, in g
- $m_2$  de massa is van het vochtdoosje of de verdampingsschaal met de droogrest, in g
-

Dans cette formule :

$W_{MS}$  = la teneur en matière sèche, en % (m/m)

$M_0$  = la masse en g de la capsule d'évaporation

$M_1$  = la masse en g de l'échantillon prélevé lors de la préparation de l'échantillon destiné à l'analyse

$M_2$  = la masse en g de la capsule d'évaporation avec le résidu sec

$m_0$  = la masse en g du pèse-filtre, éventuellement avec le sable de mer, ou de la capsule d'évaporation

$m_1$  = la masse en g de l'échantillon destiné à l'analyse

$m_2$  = la masse en g du pèse-filtre ou de la capsule d'évaporation avec le résidu sec

---

## **Methode BNL-Div-3 : Bepaling van de fijnheid**

### **Inleiding**

Conform de ISO 8157 norm wordt onder "zeven" verstaan het scheiden met behulp van één of meerdere zeven van een geheel van elementen met verschillende deeltjesgrootte. Onder de term "elementen" in deze definitie wordt verstaan de delen, ongeacht de grootte ervan, die de vaste stof vormen. De scheiding van deze delen kan zowel via een droge als een natte methode worden verkregen.

Het droog zeven wordt als regel als de algemene werkwijze aangemerkt. Het is tevens de enige manier om de fijnheid van in water oplosbare producten te bepalen. Deze methode is niet geschikt voor producten die, bijvoorbeeld door samenklonteren van de deeltjes, verstopping van de zeefmazen veroorzaken. Dergelijke producten dienen met de nat-zeef methode te worden onderzocht.

Nat zeven is verder van toepassing op producten zoals vochtige poeders en pasta's. De natte zeefmethode is eveneens de enige manier om de fijnheid van de basisbestanddelen van gekorrelde producten te bepalen. Aangezien bij nat zeven de fijnheid wordt uitgedrukt in de droge stof, dient de bepaling van het gehalte aan droge stof eveneens uitgevoerd te worden.



## **Méthode BNL-Div-3 : Détermination de la finesse**

### **Introduction**

Conformément à la norme ISO 8157, on entend par « tamisage » l'opération de séparation d'un ensemble d'éléments selon leur grosseur en employant un ou plusieurs tamis. Dans cette définition, « éléments » signifie les parties constitutives de la matière solide quelle qu'en soit la grosseur. La séparation des éléments peut se faire tant par voie sèche que par voie humide.

Le tamisage par voie sèche est généralement considéré comme la méthode générale. C'est aussi la seule manière pour déterminer la finesse des produits hydrosolubles. Cette méthode n'est pas appropriée pour les produits qui obturent les mailles du tamis, par exemple suite à l'agglomération des particules. Il convient d'analyser ces produits selon la méthode du tamisage par voie humide.

Le tamisage par voie humide s'applique par ailleurs aux poudres et produits pâteux humides. La méthode humide est aussi la seule manière pour déterminer la finesse des éléments de base des produits granulés. Comme, en cas de tamisage humide, la finesse est exprimée sur la matière sèche, la teneur en matière sèche doit aussi être déterminée.

**Methode BNL-Div-3-a :****Bepaling van de fijnheid door middel van droog zeven****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van de fijnheid. Deze methode is toepasbaar voor de producten opgenomen in Bijlage I van de Reglementering, waarvoor een garantie voor de fijnheid mag worden gegeven. Uitgezonderd zijn de volgende producten :

- erg natte producten zoals slib en suspensies ;
- nat uitzijende producten die bij het voordrogen zodanig gaan klonteren dat de granulometrische eigenschappen onherstelbaar gewijzigd worden ;
- gekorrelde en gecompacteerdde producten waarin de fijnheid van de basisbestanddelen dient bepaald te worden ;
- EG-meststoffen waarvoor een EG-methode voor de fijnheid voorgeschreven is.

**2. Principe**

Het monster wordt droog gezeefd met behulp van één of meerdere zeven in een mechanische zeefinstallatie. De fijnheid door een zeef van x mm is de fractie van het materiaal dat door die welbepaalde zeef is gepasseerd.

**3. Apparatuur en hulpmiddelen**

- 3.1. Mechanische zeefinstallatie met verticale of horizontale trillingen, voorzien van bijpassende zeefbodem, zeven (3.2), en deksel
- 3.2. Ronde zeven, doorsnede 200 mm, hoogte 50 mm, met vierkante mazen voor openingen van minder dan 1 mm, en ronde mazen voor openingen van 1 mm of meer

**Méthode BNL-Div-3-a :**  
**Détermination de la finesse par tamisage à sec**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la finesse. Cette méthode est applicable aux produits mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation, pour lesquels une garantie de finesse peut être donnée.

Les produits suivants sont exclus :

- les produits très humides, tels que les boues et les suspensions ;
- les produits d'apparence mouillée qui, lors de la dessiccation préalable, s'agglomèrent tellement que les propriétés granulométriques sont modifiées d'une manière irréversible ;
- les produits granulés et compactés dans lesquels la finesse des éléments de base doit être déterminée ;
- les engrais CE qui font l'objet d'une méthode CE pour la finesse.

**2. Principe**

L'échantillon est tamisé à sec avec un ou plusieurs tamis au moyen d'un tamiseur mécanique. La finesse au tamis de x mm est la fraction de la matière qui a franchi ce tamis bien déterminé.

**3. Appareillage et accessoires**

- 3.1. Tamiseur mécanique, à vibrations verticales ou à secousses horizontales, muni d'un fond de tamis approprié, de tamis (3.2.) et d'un couvercle
- 3.2. Tamis circulaires, d'un diamètre de 200 mm, d'une hauteur de 50 mm, à mailles carrées pour ouvertures inférieures à 1 mm, et passoirs ou tamis à trous ronds pour ouvertures supérieures ou égales à 1 mm

#### 4. **Bereiding van het analysemonster**

##### 4.1. Algemene werkwijze

Behandel het laboratoriummonster (eindmonster), met een omvang van minimaal 500 g, zodanig dat het representatief wordt voor het gehele monster (zie Richtlijn 77/535/EEG, methode 1).

##### 4.2. Werkwijze voor heterogene monsters

Indien het laboratoriummonster zo veel grote klonters bevat dat het onmogelijk wordt om er een representatieve portie van 50 g van te nemen, beschouw dan de gehele beschikbare hoeveelheid als analysemonster.

##### 4.3. Werkwijze voor vochtige producten

Indien verstopping van de zeef plaatsheeft bij het zeven van het vochtige product, en indien bij het voordrogen geen klontering optreedt, pas dan een voordroging toe zoals beschreven in methode BNL-Div-2.

#### 5. **Werkwijze**

##### 5.1. Werkwijze voor een homogeen monster

Weeg de lege zeef of zeven en de zeefbodem voor de aanvang van de proef, op 0,01 g nauwkeurig. Plaats de zeef of zeven en de zeefbodem op de zeefinstallatie, in een volgorde waarbij de zeef met de grootste openingen zich bovenaan bevindt. Weeg 50 g van het analysemonster op 0,01 g nauwkeurig (massa  $m$ ) en breng dit op de bovenste zeef. Plaats het deksel op de installatie en zeef gedurende exact 10 minuten. Weeg de zeefbodem met inhoud op 0,01 g nauwkeurig. Verwijder de afgezeefde fractie van de zeefbodem. Zeef opnieuw gedurende 1 minuut, en weeg de zeefbodem met inhoud. Indien de inhoud bij de laatste weging meer dan 0,25 g weegt, zeef dan opnieuw gedurende 1 minuut. Herhaal deze procedure tot bij de laagste weging een massa van minder dan 0,25 g wordt verkregen. Weeg uiteindelijk iedere zeef met inhoud (de zeefrest) op 0,01 g nauwkeurig. Bepaal voor iedere zeef de massa van de zeefrest uit het verschil tussen de weging met en zonder de inhoud.

#### 4. Préparation de l'échantillon à analyser

##### 4.1. Méthode générale

Traiter l'échantillon pour laboratoire (échantillon final), de 500 g minimum, de telle sorte qu'il devienne représentatif de l'échantillon global (voir Directive 77/535/CEE méthode 1).

##### 4.2. Méthode pour des échantillons hétérogènes

Si l'échantillon remis au laboratoire comporte tant de gros morceaux qu'il est impossible d'en séparer une portion représentative de 50 g, considérer alors comme échantillon à analyser la totalité de la matière disponible.

##### 4.3. Méthode pour les produits humides

Si le colmatage du tamis se produit lors du tamisage du produit humide et si la dessiccation préalable n'entraîne pas d'agglomération, appliquer une dessiccation préalable comme décrit dans la méthode BNL-div-2.

#### 5. Mode opératoire

##### 5.1. Mode opératoire pour un échantillon homogène

Peser à 0,01 g près le ou les tamis vides et le fond du ou des tamis avant de commencer l'essai. Placer le ou les tamis et le fond du ou des tamis sur le tamiseur, les tamis aux plus grandes ouvertures étant disposés en haut. Peser à 0,01 g près (masse  $m$ ) 50 g de l'échantillon à analyser et déposer cette quantité sur le tamis supérieur. Disposer le couvercle sur le tamiseur et tamiser durant exactement 10 minutes. Peser le fond du tamis avec le contenu à 0,01 g près. Ecarter le refus se trouvant sur le fond du tamis. Remettre le tamiseur en marche pendant une minute et peser le fond du tamis avec le contenu. Si le contenu est supérieur à 0,25 g au dernier pesage, tamiser à nouveau pendant une minute. Répéter cette opération jusqu'à l'obtention d'une masse inférieure à 0,25 g au dernier pesage. Peser enfin à 0,01 g près chaque tamis avec son contenu (le refus). Déterminer pour chaque tamis la masse du refus à partir de la différence entre le pesage avec et sans contenu.

Opmerking

Voor een zeef met openingen kleiner dan 0.2 mm moet de onderkant schoongeborsteld worden en het aldus verkregen materiaal vóór de weging toegevoegd worden aan de zeefrest van de zeef of zeefbodem eronder.

## 5.2. Werkwijze voor een heterogeen monster

Zeef het analysemonster met de hand op een getarreerde zeef met een maaswijdte van 5 mm. Homogeniseer de afgezeefde fractie door grondig mengen. Weeg de zeefrest en houd deze fractie apart. Vervolg zoals beschreven is in punt 5.1 en neem daarbij 50 g van de afgezeefde en gehomogeniseerde fractie als analysemonster.

## 6. Berekening

Bereken de fijnheid door een zeef van x mm uitgedrukt in massaprocenten met de volgende formules :

## 6.1. Berekening voor homogene monsters :

$$F_x = \frac{\left( m - \sum_{i=1}^n r_i \right)}{m} \cdot 100 \%$$

waarin :

$F_x$  de fijnheid door een zeef van x mm is, in % (m/m)

m de massa van het analysemonster is, in g

$\sum_{i=1}^n r_i$  de som is van de massa's van de zeefresten van zeef 1 tot en met zeef n

$r_i$  de massa van de zeefrest op elke zeef met maaswijdte groter of gelijk aan x mm is, in g

i de index is die varieert van 1 tot n, in volgorde van afnemende maaswijdte, zodat 1 verwijst naar de bovenste en n naar de zeef van x mm.

Observation

Pour un tamis à ouvertures inférieures à 0,2 mm, le dessous doit être nettoyé à la brosse, et la matière ainsi obtenue doit être ajoutée avant le pesage au refus du tamis ou au fond du tamis.

## 5.2. Mode opératoire pour un échantillon hétérogène

Tamiser à la main l'échantillon à analyser sur un tamis taré à ouverture de mailles de 5 mm. Homogénéiser la fraction tamisée en mélangeant vigoureusement. Peser le refus et mettre cette fraction de côté. Continuer comme décrit au point 5.1 en prenant comme prise d'essai 50 g de la fraction tamisée et homogénéisée.

## 6. Calcul

Calculer la finesse au tamis à ouverture de mailles de x mm, exprimée en pour cent de la masse, selon les formules suivantes :

## 6.1. Calcul des échantillons homogènes :

$$F_x = \frac{\left( m - \sum_{i=1}^n r_i \right)}{m} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

$F_x$  est la finesse au tamis de x mm, en % (m/m)

m est la masse de la prise d'essai, en g

$\sum_{i=1}^n r_i$  est la somme des masses des refus des tamis 1 à n inclus

$r_i$  est la masse du refus sur chaque tamis d'une ouverture de maille supérieure ou égale à x mm, en g

i est l'indice qui varie de 1 à n, dans l'ordre décroissant de l'ouverture des mailles, de sorte que 1 renvoie au tamis supérieur et n au tamis de x mm.

## 6.2. Berekening voor heterogene monsters

$$F_x = \frac{\left( m - \sum_{i=1}^n r_i \right)}{m} \cdot \frac{(p-q)}{p} \cdot 100\%$$

waarin :

- $F_x$  de fijnheid door een zeef van  $x$  mm is, in % (m/m)
- $m$  de massa van het analysemonster is, genomen uit de fractie afgezeefd op 5 mm, in g
- $\sum_{i=1}^n r_i$  de som is van de massa's van de zeefresten van zeef 1 tot en met zeef  $n$
- $r_i$  de massa van de zeefrest op elke zeef met maaswijdte groter of gelijk aan  $x$  mm is, in g
- $i$  de index is die varieert van 1 tot  $n$ , in volgorde van afnemende maaswijdte, zodat 1 verwijst naar de bovenste en  $n$  naar de zeef van  $x$  mm
- $p$  de massa van het analysemonster is, in bewerking genomen bij het afzeven op 5 mm, in g
- $q$  de massa van de zeefrest op de zeef van 5 mm is, in g
-



## 6.2. Calcul des échantillons hétérogènes :

$$F_x = \frac{\left( m - \sum_{i=1}^n r_i \right)}{m} \cdot \frac{(p - q)}{p} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

$F_x$  est la finesse au tamis de  $x$  mm, en % (m/m)

$m$  est la masse de la prise d'essai prélevée sur la fraction tamisée sur 5 mm, en g

$\sum_{i=1}^n r_i$  est la somme des masses des refus des tamis 1 à  $n$  inclus

$r_i$  est la masse du refus sur chaque tamis d'une ouverture de maille supérieure ou égale à  $x$  mm, en g

$i$  est l'indice qui varie de 1 à  $n$ , dans l'ordre décroissant de l'ouverture des mailles, de sorte que 1 renvoie au tamis supérieur et  $n$  au tamis de  $x$  mm

$p$  est la masse de la prise d'essai, traitée lors du tamisage sur 5 mm, en g

$q$  est la masse du refus sur le tamis de 5 mm, en g.

**Methode BNL-Div-3-b :****Bepaling van de fijnheid door middel van nat zeven****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van de fijnheid. Deze methode is toepasbaar voor de producten, opgenomen in Bijlage I van de Reglementering, die de volgende eigenschappen vertonen :

- erg natte producten zoals slib en suspensies ;
- nat uitziende producten die bij het toepassen van methode BNL-Div-3-a (voordroging) zodanig gaan klonteren dat de granulometrische eigenschappen onherstelbaar gewijzigd worden ;
- gekorrelde en gecompacteerde producten waarin de fijnheid van de basisbestanddelen bepaald dient te worden ;

**2 Principe**

Het monster wordt nat gezeefd met behulp van één of meerdere zeven in een mechanische zeefinstallatie. De zeefrest wordt nadien gedroogd. De fijnheid door een zeef van x mm is de droge fractie van het materiaal die door die welbepaalde zeef is gepasseerd.

Voor de bepaling van de fijnheid van de basisbestanddelen van gekorrelde producten wordt het monster in water gedesaggregeerd alvorens tot zeven over te gaan.

**3. Apparatuur en hulpmiddelen**

- 3.1. Mechanische zeefinstallatie met verticale of horizontale trillingen, voorzien van bijpassende zeefbodem, zeven (3.2), en een deksel met sproeikop
- 3.2. Ronde zeven, doorsnede 200 mm, hoogte 50 mm, met vierkante mazen voor openingen van minder dan 1 mm, en ronde mazen voor openingen van 1 mm of meer
- 3.3. Droogstoof, met regelbare temperatuur

**Méthode BNL-Div-3-b :****Détermination de la finesse par tamisage humide****1 Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la finesse. Cette méthode est applicable aux produits mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation, qui présentent les caractéristiques suivantes :

- les produits très humides, comme les boues et les suspensions ;
- les produits d'apparence mouillée qui s'agglomèrent lors de l'application de la méthode BNL-Div-3-a (dessiccation préalable) de telle sorte que les propriétés granulométriques se modifient de manière irréversible ;
- les produits granulés et compactés dans lesquels la finesse des éléments de base doit être déterminée.

**2 Principe**

La prise d'essai est tamisée à l'eau à l'aide d'un ou de plusieurs tamis dans un tamiseur mécanique. Le refus est ensuite séché. La finesse au tamis de  $x$  mm est la fraction sèche de la matière qui a franchi ce tamis bien déterminé.

Pour la détermination de la finesse des éléments de base des produits granulés, la prise d'essai est désagrégée dans l'eau avant le tamisage.

**3 Appareillage et accessoires**

- 3.1. Tamiseur mécanique, à vibrations verticales ou à secousses horizontales, muni d'un fond de tamis approprié, de tamis (3.2) et d'un couvercle à gicleur
- 3.2. Tamis ronds, d'un diamètre de 200 mm, d'une hauteur 50 mm, à mailles carrées pour ouvertures inférieures à 1 mm, et passoires à trous ronds pour ouvertures de 1 mm ou plus
- 3.3. Etuve à température réglable

#### 4. Bereiding van het analysemonster

Behandel het laboratoriummonster (eindmonster), met een omvang van minimaal 500 g, zodanig dat het representatief wordt voor het gehele monster (zie Richtlijn 77/535/EEG, methode 1).

#### 5. Werkwijze

##### 5.1. Algemene werkwijze

Weeg voor de aanvang van de proef voor elke te gebruiken zeef een lege, droge beker van 200 ml tot 0,01 g nauwkeurig. Plaats de zeef of zeven en de zeefbodemp op de zeefinstallatie, in een volgorde waarbij de zeef met de grootste openingen zich bovenaan bevindt. Weeg 50 g van het analysemonster op 0,01 g nauwkeurig (massa m) en breng dit op de bovenste zeef. Plaats het deksel op de installatie, open de watertoevoer en zeef gedurende exact 10 minuten. Regel daarbij het waterdebiet op 2 à 2,5 liter per minuut. Spoel de zeefrest van iedere zeef met water over in een van te voren, op 0,01 g nauwkeurig, gewogen beker van 200 ml. Laat de zeefrest bezinken en verwijder zo veel mogelijk van de bovenstaande vloeistof, zonder echter enig bezinksel te verliezen. Plaats de beker of bekers gedurende 5 uur in een droogstoof (3.3.) bij  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Laat afkoelen in een exsiccator, en weeg op 0,01 g nauwkeurig. Bepaal voor iedere beker de massa van de droge zeefrest uit het verschil tussen de weging met en zonder de inhoud.

##### 5.2. Werkwijze voor de bepaling van de fijnheid van de basisbestanddelen van gekorrelde producten

Weeg 50 g van het analysemonster op 0,01 g nauwkeurig (massa m) en breng dit in een beker van 800 ml. Voeg 500 ml water toe en laat gedurende 5 minuten rusten. Schud gedurende 20 seconden door manueel regelmatig om te zwenken, zonder gebruik te maken van roerhulpmiddelen. Spoel met water over op de bovenste zeef van de zeefinstallatie, en handel verder zoals in de algemene werkwijze (5.1.).

##### 5.3. Werkwijze voor de bepaling van het gehalte aan droge stof

Bepaal het gehalte aan droge stof door toepassing van methode BNL-Div-2.

#### 4. Préparation de l'échantillon à analyser

Traiter l'échantillon pour laboratoire (échantillon final), de 500 g au minimum, de telle sorte qu'il devienne représentatif de l'échantillon global (voir Directive 77/535 CEE, méthode 1).

#### 5. Mode opératoire

##### 5.1. Mode opératoire général

Avant de commencer l'essai, peser pour chaque tamis à utiliser un béccher vide, sec de 200 ml, à 0,01 g près. Placer le ou les tamis et le fond du ou des tamis sur le tamiseur, les tamis aux plus grandes ouvertures étant disposés en haut. Peser 50 g de l'échantillon à analyser à 0,01 g près (masse  $m$ ) et déposer cette quantité sur le tamis supérieur. Disposer le couvercle sur l'appareil, ouvrir la prise d'eau et tamiser pendant exactement 10 minutes. Régler le débit d'eau à 2 à 2,5 litres par minute. Transvaser à l'eau le refus de chaque tamis dans un béccher de 200 ml, pesé préalablement à 0,01 g près. Laisser décanter le refus et éliminer autant que possible le liquide surnageant en veillant à ne pas entraîner de matière sédimentée. Placer le ou les bécchers pendant 5 heures dans une étuve (3.3.) à  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,01 g près. Déterminer pour chaque béccher la masse du refus sec à partir de la différence entre le pesage avec et sans contenu.

##### 5.2. Mode opératoire pour la détermination de la finesse des éléments de base des produits granulés

Peser 50 g de l'échantillon à analyser à 0,01 g près (masse  $m$ ) et introduire cette quantité dans un béccher de 800 ml. Ajouter 500 ml d'eau et laisser reposer pendant 5 minutes. Agiter le béccher régulièrement à la main pendant 20 secondes sans utiliser de baguette. Transvaser avec de l'eau sur le tamis supérieur du tamiseur et poursuivre ensuite comme indiqué sous « Mode opératoire général » (5.1.).

##### 5.3. Mode opératoire pour la détermination de la teneur en matière sèche

Déterminer la teneur en matière sèche en appliquant la méthode BNL-Div-2.

## 6. Berekening

Bereken de fijnheid door een zeef van x mm uitgedrukt in massaprocenten in de droge stof met de volgende formule :

$$F_x = \frac{\left( (m \cdot w_{DS}) - \left( 100 \cdot \sum_{i=1}^n r_i \right) \right)}{(m \cdot w_{DS})} \cdot 100 \%$$

waarin :

$F_x$  de fijnheid door een zeef van x mm is, in % (m/m) ;

m de massa van het analysemonster is, in g ;

$\sum_{i=1}^n r_i$  de som is van de massa's van de gedroogde zeefresten van zeef 1 tot en met zeef n ;

$w_{DS}$  het gehalte aan droge stof is, in % (m/m) ;

$r_i$  de massa van de gedroogde zeefrest op elke zeef met maaswijdte groter of gelijk aan x mm is, in g ;

i de index is die varieert van 1 tot n, in volgorde van afnemende maaswijdte, zodat 1 verwijst naar de bovenste en n naar de zeef van x mm.

-----

## 6. Calcul

Calculer la finesse au tamis à ouverture de mailles de  $x$  mm, exprimée en pour cent de la masse dans la matière sèche, selon la formule suivante :

$$F_x = \frac{\left( (m \cdot W_{MS}) - \left( 100 \cdot \sum_{i=1}^n r_i \right) \right)}{(m \cdot W_{MS})} \cdot 100 \%$$

dans laquelle :

$F_x$  est la finesse au tamis de  $x$  mm, en % (m/m)

$m$  est la masse de la prise d'essai, en g

$\sum_{i=1}^n r_i$  est la somme des masses des refus des tamis 1 à  $n$  inclus

$W_{MS}$  est la teneur en matière sèche, en % (m/m)

$r_i$  est la masse du refus sec sur chaque tamis d'une ouverture de maille supérieure ou égale à  $x$  mm, en g

$i$  est l'indice qui varie de 1 à  $n$ , dans l'ordre décroissant d'ouverture des mailles, de sorte que 1 renvoie au tamis supérieur et  $n$  au tamis de  $x$  mm.

**Methode BNL-Div-4 :  
Bepaling van kooldioxide**

**1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan kooldioxide, afkomstig van carbonaten. Deze methode is toepasbaar voor alle producten, opgenomen in Bijlage I van de Reglementering, die calcium- en/of magnesiumcarbonaten bevatten.

**2. Principe**

Het analysemonster wordt behandeld met verdund zoutzuur. Het hierdoor gevormde kooldioxide wordt gasvolumetrisch bepaald.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

**3.1. Zoutzuuroplossing,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$**

Meng voorzichtig 1 volumedeel zoutzuur,  $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ kg/l}$ , met 1 volumedeel water.

**3.2. Calciumcarbonaat ( $\text{CaCO}_3$ )**

**3.3. Zwavelzuuroplossing,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,2 \text{ mol/l}$**

Voeg 5,5 ml zwavelzuur,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ kg/l}$ , toe aan 800 ml water, meng en laat afkoelen. Voeg enkele druppels methylroodoplossing (3.4) toe, vul aan met water tot 1000 ml en meng.

**3.4. Methylroodoplossing**

Los 0,1 g methylrood op in 50 ml ethanol,  $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 95 \text{ \% v/v}$ . Vul met water aan tot 100 ml en meng.

**4. Apparatuur**

Toestel voor gasvolumetrie, volgens het principe van Scheibler-Dietrich (zie bijlage) of gelijkwaardig.

**5. Bereiding van het analysemonster**

Bereid het analysemonster zoals beschreven is in methode BNL-Div-2.



**Méthode BNL-Div-4 :****Détermination du dioxyde de carbone****1. Objectif et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination du dioxyde de carbone dégagé par les carbonates. La méthode est applicable à tous les produits et amendements du sol, mentionnés dans l'annexe I de la Réglementation, qui contiennent des carbonates de sodium et/ou de magnésium.

**2. Principe**

Le gaz carbonique libéré par la réaction de l'acide chlorhydrique sur les carbonates présents dans l'échantillon est déterminé par titrimétrie gazeuse.

**3. Réactifs et accessoires****3.1. Solution d'acide chlorhydrique,  $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/l}$** 

Mélanger soigneusement un volume d'acide chlorhydrique  $c(\text{HCl})/l$ ,  $12 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,19 \text{ g/l}$ , avec un volume d'eau. Laisser refroidir.

**3.2. Carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ )****3.3. Solution d'acide sulfurique,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,2 \text{ mol/l}$** 

Ajouter 5,5 ml d'acide sulfurique,  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 38 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ kg/l}$  à 1000 ml d'eau, colorée avec quelques gouttes de solution de rouge de méthyle (3.4). Homogénéiser.

**3.4. Solution de rouge de méthyle**

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 50 ml d'éthanol,  $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 95 \text{ \% v/v}$ . Porter à 100 ml avec de l'eau et homogénéiser.

**4. Appareillage**

Appareil de titration gazeuse selon Scheibler-Dietrich (voir annexe) ou appareil équivalent.

**5. Préparation de l'échantillon à analyser**

Préparer l'échantillon destiné à l'analyse comme décrit dans la méthode BNL-Div-2.

## 6 Werkwijze

### 6.1 Werkwijze voor het monster

Weeg, afhankelijk van het gehalte aan kooldioxide, de volgende hoeveelheid van het analysemonster op 1 mg nauwkeurig en breng dit in de reactiefles (8.4) :

- 0,5 g voor gehalten van meer dan 22 % CO<sub>2</sub>
- 1 g voor gehalten van 5 tot 22 % CO<sub>2</sub>
- 2,5 g voor gehalten van minder dan 5 % CO<sub>2</sub> (zie opmerking 8.1)

Breng 10 ml zoutzuuroplossing (3.1) in het buisje (8.6) en plaats dit voorzichtig bij het monster in de reactiefles. Verbind de meetbuis (8.1) met de buitenlucht via de driewegkraan (8.5). Verplaats de beweegbare buis (8.2) zodat het peil van de vloeistof (3.3) op de nulstand gebracht wordt. Verbind buis (8.3) met de buitenlucht via de driewegkraan en verbind de reactiefles voorzichtig met het toestel. Verbind vervolgens de reactiefles met de meetbuis via de driewegkraan en controleer of het peil van de vloeistof zich nog steeds op de nulstand bevindt. Breng het zoutzuur in contact met het monster door de reactiefles voorzichtig te kantelen. Houd tijdens de ontwikkeling van het kooldioxidegas het peil van de vloeistof in de buizen (8.1) en (8.2) steeds op gelijke hoogte met behulp van de beweegbare buis. Schud de reactiefles tot de ontwikkeling van kooldioxide stopt. Wanneer het gasvolume constant blijft, wacht dan nog 5 minuten, breng het peil van de vloeistof in de buizen (8.1) en (8.2) op precies gelijke hoogte, en meet het gasvolume.

### 6.2. Calibratie :

Weeg 0,5 g calciumcarbonaat (3.2) op 1 mg nauwkeurig en breng dit in de reactiefles (8.4). Voer de bepaling uit onder identieke omstandigheden als voor het monster.

## 6. Mode opératoire

### 6.1. Mode opératoire pour l'échantillon

Suivant la teneur en dioxyde de carbone, peser à 1 mg près la quantité suivante de l'échantillon destiné à l'analyse et placer cette quantité dans le flacon à réaction (8.4) :

- 0,5 g pour des teneurs de plus de 22 % de CO<sub>2</sub>
- 1 g pour des teneurs de 5 à 22 % de CO<sub>2</sub>
- 2,5 g pour des teneurs de moins de 5 % de CO<sub>2</sub>

Introduire 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.1) dans le tube (8.6) et placer soigneusement cette quantité près de l'échantillon dans le flacon à réaction. Raccorder le tube gradué (8.1) à l'air libre à l'aide d'un robinet à trois voies (8.5). Déplacer le tube mobile (8.3) de façon à régler le niveau du liquide à la graduation zéro. Raccorder le tube (8.3) à l'air libre via le robinet à trois voies et raccorder soigneusement le flacon à réaction à l'appareil. Raccorder ensuite le flacon à réaction au tube gradué via le robinet à trois voies et contrôler si le niveau du liquide se trouve toujours à la graduation zéro. Mettre l'acide chlorhydrique en contact avec l'échantillon en renversant prudemment le flacon à réaction. Pendant le dégagement du dioxyde de carbone, maintenir constamment le niveau du liquide dans les tubes (8.1) et (8.2) à la même hauteur, à l'aide du tube mobile. Agiter le flacon à réaction jusqu'à dégagement complet du gaz. Lorsque le volume de gaz s'est stabilisé, attendre cinq minutes, amener le niveau du liquide des tubes (8.1) et (8.2) exactement à la même hauteur et effectuer la lecture du volume de gaz.

### 6.2. Calibration

Mesurer à 1 mg près 0,5 g de carbonate de calcium (3.2) et introduire cette quantité dans le flacon à réaction (8.4). Effectuer la détermination dans les mêmes conditions que pour l'échantillon.

## 7 Berekening

Bereken het gehalte aan kooldioxide uitgedrukt in massaprocenten kooldioxide (CO<sub>2</sub>) met de volgende formule :

$$w_{\text{CO}_2} = f \cdot \frac{v \cdot m_c}{v_c \cdot m} \cdot 100 \%$$

waarin :

$w_{\text{CO}_2}$  het gehalte aan kooldioxide is, in % CO<sub>2</sub> (m/m)

$f$  de factor is voor de omrekening van CaCO<sub>3</sub> naar CO<sub>2</sub>. Deze bedraagt 0,44

$v$  het volume van het kooldioxidegas is, vrijgemaakt uit het monster, in ml

$v_c$  het volume van het kooldioxidegas is, vrijgemaakt bij de calibratie, in ml

$m_c$  de massa van het calciumcarbonaat is, in g

$m$  de massa van het analysemonster is, in g

## 8 Opmerkingen

- 8.1. Indien de bepaling uitgevoerd wordt met 2,5 g van het analysemonster, vermeng dit dan in de reactiefles eerst met 15 ml water. Voeg dan ook voor de calibratie (6.2) 15 ml water toe.
- 8.2. Indien een toestel gebruikt wordt met een meetbuis van een ander volume, pas dan de afgewogen hoeveelheid van het analysemonster en van het calciumcarbonaat bij de calibratie aan, overeenkomstig het meetbereik van het toestel.
- 8.3. De benodigde reactietijd is afhankelijk van de hoeveelheid en de aard van het analysemonster. Bij de analyse van dolomiet is het meestal nodig met een langere reactietijd rekening te houden.

## 7. Calcul

Calculer la teneur en dioxyde de carbone, exprimée en pour cent de la masse de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>), selon la formule suivante :

$$w_{\text{CO}_2} = f \cdot \frac{v \cdot m_c}{v_c \cdot m} \cdot 100 \%$$

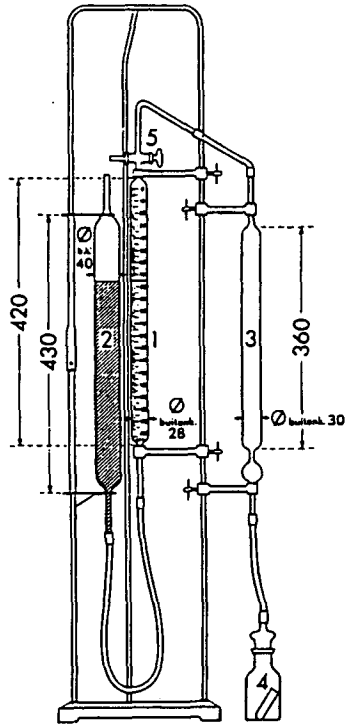
Dans cette formule :

- $w_{\text{CO}_2}$  = la teneur en dioxyde de carbone, en % CO<sub>2</sub> (m/m)
- $f$  = le facteur de conversion de CaCO<sub>3</sub> en CO<sub>2</sub>. Il est de 0,44
- $v$  = le volume en ml de dioxyde de carbone, libéré par l'échantillon
- $v_c$  = le volume en ml de dioxyde de carbone, libéré lors de la calibration
- $m_c$  = la masse en g de carbonate de calcium
- $m$  = la masse en g de l'échantillon destiné à l'analyse

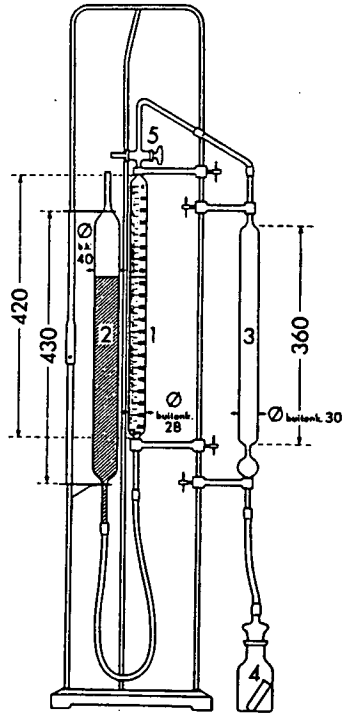
## 8. Observations

- 8.1. Lorsque le dosage est effectué sur 2,5 g de l'échantillon destiné à l'analyse, mélanger d'abord la prise d'essai avec 15 ml d'eau dans le flacon à réaction. Ajouter aussi 15 ml d'eau pour la calibration (6.2).
  - 8.2. Lors de l'utilisation d'un appareil avec un tube gradué de volume différent, adapter la prise d'essai de l'échantillon et du carbonate de calcium lors de la calibration, suivant la capacité de mesure de l'appareil.
  - 8.3. Le temps de réaction nécessaire dépend du poids et de la nature de l'échantillon destiné à l'analyse. Pour l'analyse de la dolomite, il convient généralement de respecter un temps de réaction plus long.
-

BNL-DIV-4

TOESTEL NAAR SCHEIBLER-DIETRICH VOOR  
BEPALING VAN CO<sub>2</sub>SCHAAL: 1/8  
(Maten in mm)

APPAREIL SELON LA SCHEIBLER-DIETRICH  
POUR LA DETERMINATION DE LA TENEUR EN CO<sub>2</sub>



ECHELLE : 1/8  
(Mesures en mm)

**BNL-DIV-5-a :****Bepaling van vocht van veen, turfstrooisel en tuinturf**

De methoden A (in één trap) en B (in twee trappen) mogen naar keuze gebruikt worden.

**A. Bepaling in één trap****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het vochtgehalte in veen, turfstrooisel en tuinturf.

**2. Principe**

Het gewichtsverlies verkregen door het drogen van het analysemonster bij  $100^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , wordt aangemerkt als vocht.

**3. Apparatuur**

3.1. Droogstoof, met automatische temperatuurregeling en -meting, een goede luchtcirculatie en afvoer van waterdamp.

3.2. Schalen van roestvrij materiaal met een diameter van 50-100 mm.

**4. Bereiding van het analysemonster**

Verkruimel indien nodig een hoeveelheid monster van tenminste 300 ml, meng goed en bewaar het in een hermetisch gesloten verpakking.

**5. Werkwijze**

Weeg bij turfstrooisel circa 10 g, en bij alle andere veensoorten minstens 25 g, tot op 0,02 g nauwkeurig, van het analysemateriaal af in een getarreerde schaal (3.2). Plaats deze in een droogstoof (3.1) bij  $100^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  gedurende tenminste 15 en ten hoogste 24 uur. Koel af in een exsiccator en weeg, tot op 0,02 g nauwkeurig.



**BNL-DIV-5-a :****Détermination de la teneur en humidité de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole**

Les méthodes A (en une phase) et B (en deux phases) peuvent être utilisées au choix.

**A. Détermination en une phase****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en humidité de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole.

**2. Principe**

La perte de poids obtenue par séchage de l'échantillon à analyser à  $100^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  est considérée comme humidité.

**3. Appareillage**

3.1. Etuve à réglage et mesure automatique de la température, avec une bonne circulation d'air et une évacuation aisée de la vapeur d'eau.

3.2. Capsules en matériau inoxydable d'un diamètre de 50-100 mm.

**4. Préparation de l'échantillon à analyser**

Emietter si nécessaire une quantité d'au moins 300 ml de l'échantillon, bien mélanger et conserver dans un emballage hermétiquement fermé.

**5. Mode opératoire**

Pour la litière de tourbe, peser environ 10 g et, pour les autres sortes de tourbe, au moins 25 g, à 0,02 g près, de la matière à analyser dans une capsule tarée (3.2). Placer celle-ci dans une étuve (3.1) réglée à  $100^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  pendant 15 h au moins et 24 h au plus. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,02 g près.

**6. Berekening**

Bereken het vochtgehalte  $V_1$  uitgedrukt in massaprocenten (m/m) en afgerond op 0,1%, met de volgende formule:

$$V_1 = \frac{(a - b)}{a} \cdot 100\%$$

waarin:

a = de hoeveelheid ingewogen analysemonster in g

b = de hoeveelheid teruggewogen droge stof in g

**B. Bepaling in twee trappen****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het vochtgehalte in veen, turfstrooisel en tuinturf.

**2. Principe**

Het monster wordt eerst bij 40° C - 45° C gedroogd tot luchtdroog. Vervolgens wordt een deel verder gedroogd bij 100° C ± 3° C. Het gewichtsverlies wordt aangemerkt als vocht.

**3. Apparatuur**

3.1. Droogstoof (zie methode A, 3.1)

3.2. Platte rechthoekige aluminiumschalen, lengte ca. 35 cm, breedte ca. 25 cm en hoogte ca. 5 cm

3.3. Glazen of metalen weegdoosjes.

**6. Calcul**

Calculer la teneur en humidité  $V_t$  exprimée en pour cent de la masse (m/m) et arrondie à 0,1 % selon la formule suivante :

$$V_t = \frac{(a - b)}{a} \cdot 100 \%$$

où :

a = la prise d'essai de l'échantillon à analyser, en g.

b = la quantité de matière sèche à la seconde pesée, en g.

**B. Détermination en deux phases****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur en humidité de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole.

**2. Principe**

L'échantillon est d'abord séché à 40° C - 45° C jusqu'à ce qu'il soit sec à l'air. Une partie de l'échantillon est ensuite séchée à 100° C  $\pm$  3° C. La perte de poids est considérée comme humidité.

**3. Appareillage**

3.1. Une étuve (voir méthode A, 3.1)

3.2. 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

3.3. Des pèse-filtres en verre ou en métal.

#### 4. Bereiding van het analysemonster

Verkruiemel indien nodig een hoeveelheid monster van ongeveer 1,5 liter, meng goed en bewaar het in een hermetisch gesloten verpakking. Bij sterk verteerd en nog zeer nat veen moet meer monstermateriaal in bewerking worden genomen.

#### 5. Werkwijze

##### 5.1. Trap 1

Verkruiemel het gedeelte van het monster bestemd voor de bepaling van de watercapaciteit (BNL-DIV-5-g) vooraf met een zeef van circa 5 mm. Verklein de zeefrest door hakselen, knippen of uit elkaar pluizen en verdeel het aldus verkleinde materiaal gelijkmatig over het verkruiemelde monster. Verdeel het analysemateriaal regelmatig over één, of eventueel twee, getarreeerde aluminium schalen (3.2) en weeg op 0,2 g nauwkeurig.

Plaats de schalen met inhoud een nacht in de droogstoof (3.1) bij 40-45° C. Plaats de schalen daarna gedurende 24 uur buiten de stoof en weeg op 0,2 g nauwkeurig.

##### 5.2. Trap 2

Maal een hoeveelheid van tenminste 65 g luchtdroog monstermateriaal tot het een zeef met maaswijdten van 0,3 mm passeert. Weeg van het gemalen luchtdroge monster (zie opmerkingen) 2 à 4 g tot op 0,5 mg nauwkeurig af in een weegdoosje (3.3). Droog gedurende 4 uur in de droogstoof (3.1) bij 100°C ± 3°C. Koel af in een exsiccator en weeg tot op 0,5 mg nauwkeurig.

#### 6. Berekening

Bereken het vochtgehalte  $V_1$  uitgedrukt in massaprocenten (m/m) en afgerond op 0,1%, met de volgende formules:

#### 4. Préparation de l'échantillon à analyser

Émietter si nécessaire une quantité d'échantillon d'environ 1,5 litre, bien mélanger et conserver dans un emballage hermétiquement fermé. Si la tourbe est fortement décomposée et encore très humide, il faut traiter une plus grande quantité d'échantillon.

#### 5. Mode opératoire

##### 5.1. Phase 1

Émietter préalablement la partie de l'échantillon destinée à la détermination de la capacité d'absorption d'eau (BNL-DIV-5-g) en utilisant un tamis à mailles d'environ 5 mm. Réduire le refus écourté par hachage, découpage ou effilochage et répartir la matière ainsi réduite sur l'échantillon émiétté. Répartir uniformément la matière à analyser sur un ou éventuellement deux plateaux en aluminium tarés (3.2) et peser à 0,2 g près.

Placer les plateaux avec leur contenu pendant une nuit dans l'étuve (3.1) à 40° C - 45° C. Placer les plateaux ensuite pendant 24 heures en dehors de l'étuve et peser à 0,2 g près.

##### 5.2. Phase 2

Moudre une quantité d'au moins 65 g de l'échantillon sec à l'air jusqu'au passage au tamis à mailles de 0,3 mm. Peser à 0,5 mg près 2 à 4 g de l'échantillon sec à l'air moulu (voir remarques) sur un pèse-filtre (3.3). Sécher pendant 4 heures dans l'étuve (3.1) à 100° C  $\pm$  3° C. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,5 mg près.

#### 6. Calcul

Calculer la teneur en humidité  $V_1$  exprimée en pour cent de la masse (m/m) et arrondie à 0,1 % selon les formules suivantes :

- 6.1. Het vochtgehalte  $V_v$ , bepaald in het verse materiaal, bedraagt :

$$V_v = \frac{(c-d)}{c} \cdot 100\%$$

waarin:

c = de hoeveelheid ingewogen analysemonster in g

d = de hoeveelheid teruggewogen luchtdroog materiaal g

- 6.2. Het vochtgehalte  $V_{ld}$ , bepaald in het luchtdroog materiaal, bedraagt:

$$V_{ld} = \frac{(e-f)}{e} \cdot 100\%$$

waarin:

e = de hoeveelheid ingewogen luchtdroog materiaal in g

f = de hoeveelheid teruggewogen droge stof in g

- 6.3. Het totale vochtgehalte  $V_t$  bedraagt :

$$V_t = V_v + \left( (100 - V_v) \cdot \frac{V_{ld}}{100} \right)$$

## 7. Opmerkingen

- 7.1. Verricht de vochtbepaling in het luchtdroog monster tenminste in duplo.  $V_{ld}$  ligt gewoonlijk tussen 9 en 13%.
- 7.2. Het gemalen luchtdroog materiaal dient tevens voor de bepaling van de organische stof (BNL-DIV-5-b) en van de verteringsgraad (BNL-DIV-5-c) en dient dus in een hermetisch gesloten verpakking te worden bewaard.

-----

- 6.1. La teneur en humidité  $V_f$  déterminée sur la matière fraîche est égale à :

$$V_f = \frac{(c - d)}{c} \cdot 100 \%$$

où :

$c$  = la prise d'essai de l'échantillon à analyser, en g

$d$  = la quantité de matière sèche à l'air à la seconde pesée, en g

- 6.2. La teneur en humidité  $V_{msa}$  déterminée sur la matière sèche à l'air est égale à :

$$V_{msa} = \frac{(e - f)}{e} \cdot 100 \%$$

où :

$e$  = la prise d'essai de la matière sèche à l'air, en g

$f$  = la quantité de matière sèche à la seconde pesée, en g.

- 6.3. La teneur en humidité totale  $V_t$  est calculée par la formule :

$$V_t = V_f + \left( (100 - V_f) \cdot \frac{V_{msa}}{100} \right)$$

## 7. Observations

- 7.1. Effectuer au moins en double la détermination de la teneur en humidité de l'échantillon sec à l'air. La  $V_{msa}$  se situe généralement entre 9 et 13 %.
- 7.2. La matière sèche à l'air moulue sert également à la détermination de la matière organique (BNL-DIV-5-b) et du degré de décomposition (BNL-DIV-5-c) et doit donc être conservée dans un emballage hermétiquement fermé.
-

**Methode BNL-DIV-5-b :****Bepaling van de organische stof van veen, turfstrooisel en tuinturf****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van het gehalte aan organische stof in veen, turfstrooisel en tuinturf.

**2. Principe**

Het monster wordt bij een temperatuur van  $900^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$  gegloeid. Het percentage gloeiverlies van de droge stof, bij veen eventueel gecorrigeerd voor water uit slib en kooldioxide uit carbonaten, wordt gelijkgesteld aan het gehalte aan organische stof van de droge stof.

**3. Apparatuur**

3.1. Mofelloven met automatische temperatuurregeling en -meting

3.2. Porseleinen gloeischaaftjes, rechthoekig met een lengte van ca. 5 cm en een breedte van ca. 4 cm, of rond met een diameter van ca. 5 cm

**4. Bereiding van het analysemonster**

Maal het luchtdroge materiaal tot het een zeef met maaswijdten van 0,3 mm kan passeren (zie BNL-DIV-5-a, methode B).

**5. Werkwijze**

Weeg, tot op 1 mg nauwkeurig, 2 à 3 g analysemonster af in een vooraf gegloeid en gewogen gloeischaaftje (3.2) en plaats het schaaftje in een koude mofelloven (3.1.). Breng de oven op een temperatuur van  $900^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$  en laat het schaaftje nog gedurende 2 uur bij deze temperatuur staan (zie opmerking 7.1).

Koel gedeeltelijke af en sluit, alvorens de ovendeur te openen, de afvoerpijp van de oven. Plaats het schaaftje in een exsiccator en koel af tot kamertemperatuur. Weeg tot op 1 mg nauwkeurig. De verassing is volledig als zich geen zwarte deeltjes meer in het residu bevinden.



**Méthode BNL-DIV-5-b :****Détermination des matières organiques dans la terre de tourbières, la litière de tourbe et la tourbe horticole****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la teneur de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole en matières organiques.

**2. Principe**

L'échantillon est calciné à la température de  $900^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ . Le taux de perte à la calcination de la matière sèche, corrigé éventuellement dans le cas de la terre de tourbières pour l'humidité fixée sur la fraction argilo-limoneuse et pour le dioxyde de carbone provenant des carbonates, est considéré comme la teneur de la matière sèche en matières organiques.

**3. Appareillage**

3.1. Un four à moufle à réglage et mesure automatiques de la température

3.2. Des capsules d'incinération en porcelaine, rectangulaires d'une longueur de  $\pm 5\text{ cm}$  et d'une largeur de  $\pm 4\text{ cm}$ , ou rondes d'un diamètre de  $\pm 5\text{ cm}$

**4. Préparation de l'échantillon à analyser**

Moudre la matière sèche à l'air jusqu'à ce qu'elle puisse passer à travers un tamis à diamètre de mailles de  $0,3\text{ mm}$  (cf. BNL-DIV-5-a, méthode B).

**5. Mode opératoire**

Peser à  $1\text{ mg}$  près, dans une capsule d'incinération (3.2.) préalablement passée au four et pesée,  $2-3\text{ g}$  de la matière à analyser et placer le tout dans un four à moufle (3.1) non chauffé. Porter le four à la température de  $900^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$  et maintenir la capsule encore 2 heures à cette température (cf. remarque 7.1).

Refroidir partiellement et, avant l'ouverture de la porte du four, fermer le tube d'évacuation du four. Placer la capsule dans un dessiccateur et laisser refroidir à température ambiante. Peser à  $1\text{ mg}$  près. La calcination est complète lorsque le résidu ne renferme plus de particules noires.

## 6. Berekening

Bereken het gehalte aan organische stof "a" uitgedrukt in massaprocenten (m/m) van de droge stof en afgerond op 0,1%, met de volgende formule (zie opmerkingen 7.2 en 7.3) :

$$a = \frac{\left( g \cdot \left( \frac{100 - V_{\text{vd}}}{100} \right) \right) - h}{g \cdot \left( \frac{100 - V_{\text{vd}}}{100} \right)} \cdot 100\%$$

waarin:

g = de ingewogen hoeveelheid luchtdroog analysemonster is, in mg

h = de teruggewogen hoeveelheid residu is na gloeien, in mg

$V_{\text{vd}}$  = het vochtgehalte van het luchtdroge analysemateriaal is in % (zie BNL-DIV-5-a, methode B).

## 7. Opmerkingen

7.1. Als het monster rechtstreeks in de hete oven wordt geplaatst, is een voorverbranding op een vlam noodzakelijk.

7.2. Bij slibhoudend veen wordt de formule voor de berekening van het gehalte aan organische stof in de droge stof (a') als volgt aangepast :

$$a' = a - (0,06 \cdot F_{16})$$

waarin:

a = het gehalte aan organische stof in de droge stof is, berekend volgens de formule in punt 6

$F_{16}$  = het gehalte aan minerale deeltjes, kleiner dan 16  $\mu\text{m}$ , in de droge stof is, in % (m/m) (zie bijlage 1).

## 6. Calcul

Calculer la teneur en matières organiques « a », exprimée en pour cent de la masse (m/m) de la matière sèche et arrondie à 0,1 %, selon la formule suivante (voir remarques 7.2 et 7.3) :

$$a = \frac{\left( g \cdot \left( \frac{100 - V_{msa}}{100} \right) \right) - h}{g \cdot \left( \frac{100 - V_{msa}}{100} \right)} \cdot 100 \%$$

où :

g = la prise d'essai de l'échantillon à analyser sec à l'air, en mg

h = la quantité de résidu de calcination à la deuxième pesée, en mg

$V_{msa}$  = le taux d'humidité de la matière à analyser sèche à l'air, en % (voir BNL-Div-5-a, méthode B).

## 7. Observations

7.1. Si l'échantillon est placé directement dans le four chaud, une combustion préalable sur flamme est nécessaire.

7.2. Pour la terre de tourbières argilo-limoneuses, la formule utilisée pour le calcul de la teneur de la matière sèche en matières organiques (a') est adaptée comme suit :

$$a' = a - (0,06 \cdot F_{16})$$

où :

a = la teneur de la matière sèche en matières organiques, calculée selon la formule du point 6

$F_{16}$  = la teneur de la matière sèche en particules minérales inférieures à 16  $\mu\text{m}$ , en % (m/m) (voir annexe).

- 7.3. Indien het veen kalkhoudend is, moet bovendien worden gecorrigeerd voor kooldioxide uit carbonaten, volgens BNL-DIV-4. Met de mogelijke aanwezigheid van kalk moet rekening gehouden worden indien de pH (zie BNL-Div-5-d) hoger is dan 6,0.
-

7. 3. Si la terre de tourbières renferme de la chaux, il y a lieu d'apporter en outre une correction pour le dioxyde de carbone provenant des carbonates, selon la méthode BNL-Div-4. Il faut tenir compte de la présence possible de chaux lorsque le pH (voir BNL-Div-5-d) est supérieur à 6,0.

-----

BIJLAGE**BEPALING VAN DE MINERALE FRACTIE KLEINER DAN 16 MICRONS (< 16  $\mu\text{m}$ ) volgens de PIPETMETHODE.****1. Toepassingsgebied**

Veen en potgrond.

**2. Principe**

Uit een waterige suspensie van een achtereenvolgens met  $\text{H}_2\text{O}_2$  en een peptisator behandelde bepaalde hoeveelheid van het monster wordt, na 15 minuten bezinken, van een voorgeschreven diepte een bepaalde hoeveelheid opgezogen, ingedampt tot droog en gegloeid.

Uit de gloeirest, gecorrigeerd voor de toegevoegde peptisator en voor gebonden water dat tijdens het gloeien is ontweken, wordt de fractie minerale delen < 16  $\mu\text{m}$  berekend.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

- 1) Waterstofperoxyde : 30 tot 40 %  $\text{H}_2\text{O}_2$  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 ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) in 1 liter water.

**4. Apparatuur**

Bekerglazen met een hoogte van + 13 cm en een diameter van + 10 cm, waarop bij 800 ml een merkstreep is aangebracht.

Geijkte pipet van 50 ml. Schudcilinders van 1,1 liter met rubberstop waarop bij 1 liter een merkstreep is aangebracht ; hoogte  $\pm$  40 cm, inwendige diameter 6 cm.

Porseleinen indampschaaltjes van 30 ml, 25 mm hoog, diameter 60 mm.

Hard penseel voor het reinigen der bekgelazen.

Thermometer, op 0,5° C nauwkeurig af te lezen.

Chronometer.

**DETERMINATION DE LA FRACTION MINERALE INFERIEURE A 16 MICRONS (< 16  $\mu\text{m}$ ) SELON LA METHODE DITE "A LA PIPETTE".**

**1. Domaine d' application**

Terre de tourbières et terreau.

**2. 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  $\mu\text{m}$  est calculée sur la base du résidu de calcination, en y apportant un correctif pour l'agent peptisant ajouté et pour l'eau de rétention, éliminée lors de la calcination.

**3. Réactifs et accessoires**

- 1) Solution d'eau oxygénée : 30 à 40 %  $\text{H}_2\text{O}_2$  chimiquement pur.
- 2) Acide chlorhydrique environ 1 n : mélanger 250 ml de HCl concentré avec 3 litres d'eau déminéralisée.
- 3) Agent peptisant : une solution de 26,77 g de pyrophosphate de sodium ( $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) dans 1 litre d'eau.

**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.

Capsules d'évaporation en porcelaine de 30 ml, hauteur 25 mm, diamètre 60 mm.

Pinceau à poils durs pour le nettoyage des béchers.

Thermomètre, permettant des lectures à 0,5° C près.

Chronomètre.

Pipet van 20 ml (zie opmerking : pipet geijkt met gedemineraliseerd water), zodanig bevestigd aan een statief met meetlat dat de pipet op 0,1 cm nauwkeurig vertikaal over een afstand van ca 30 cm soepel versteld kan worden.

Moffeloven.

Waterbad.

Exiccator.

Analytische balans.

## 5. Bereiding van het analysemonster

"Luchtdroog" monstermateriaal als voor de bepaling van de watercapaciteit bij veen (zie daar onder DIV.05a.2.a.).

## 6. Werkwijze

### a. Voorbehandeling

20 gr luchtdroog materiaal wordt nauwkeurig afgewogen en kwantitatief overgebracht in een der bekgelazen 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  $\pm 125$  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 overmaat. Vervolgens wordt met gedemineraliseerd water verdund tot 400 ml en gedurende 15 minuten gekookt. Daarna wordt de wand van het bekglas met een penseel schoongemaakt 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.



Pipette de 20 ml (voir observation : pipette jaugée à l'eau déminéralisée), fixée à un support gradué de manière à pouvoir être facilement déplacée verticalement sur une distance de 30 cm, avec une précision de 0,1 cm.

Four à moufle.

Bain-marie.

Exsiccateur.

Balance analytique.

## 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Matière "sèche à l'air" comme pour la détermination de la capacité d'absorption d'eau de la terre de tourbières (voir sous DIV.05.a.2.a.).

## 6. Mode opératoire

### a. 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 1 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 surnageant 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 surnageant est à nouveau éliminé par siphonnage.

Vervolgens wordt met de pipet 50 ml peptisator (reagens 1) toegevoegd en goed gemengd. De suspensie wordt verhit tot koken, ongeveer 5 minuten op kooktemperatuur gehouden en na enig afkoelen kwantitatief overgespoeld in een schudcylinder, waarbij het bekglas weer wordt schoongemaakt met een penceel. De suspensie wordt met gedemineraliseerd water aangevuld tot de streep (= 1 liter).

b. Bepaling van de fractie < 16  $\mu\text{m}$

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 moet worden gepipetteerd, opgezocht. De slijbcylinder wordt afgesloten met een goed sluitende rubberstop en goed geschud, waarbij erop gelet moet worden dat het bezinsel homogeen door de suspensie wordt verdeeld. Na neerzetten van de cylinder wordt de chronometer ingedrukt. De cylinder 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 meetlat die achter de pipet is aangebracht wordt de stand van de pipet afgelezen. 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 waterstraalpomp wordt de pipet volgezogen. Zodra de suspensie  $K_2$  is gepasseerd, worden  $K_1$  en  $K_2$  gesloten. De slang A wordt van de afzuigfles losgemaakt. De tweewegkraan  $K_2$  wordt nu zo geopend, dat de overtollige suspensie door D kan aflopen; met iets gedemineraliseerd water uit W wordt F nagespoeld. Vervolgens wordt  $K_2$  geopend boven P en  $K_1$  boven E waardoor de inhoud van de pipet via E wordt afgetapt in een vooraf gedroogd en gewogen porseleinen schaalje.

De pipet wordt eveneens met iets gedemineraliseerd water uit W nagespoeld; ook het spoelwater wordt in het schaalje opgevangen. (Ter verhoging van de snelheid bij seriewerk kan tijdens het aftappen door A met de mond worden geblazen; met het ijken van de pipet is hiermee dan rekening te houden). Het porseleinen indampschaaltje met inhoud wordt op het waterbad drooggedampt en vervolgens 2 uur gegloeid in de moffeloven bij  $900^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ . Na afkoelen in een exsiccator wordt gewogen.

On ajoute 50 ml d'agent peptisant (réactif 3) 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 bécher 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).

b. Détermination de la fraction < 16  $\mu\text{m}$

La température de la suspension est déterminée à un demi degré près. A l'aide du tableau (voir point B) 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  $K_2$  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 E de sorte que le contenu de la pipette s'écoule via E dans une capsule en porcelaine séchée et pesée préalablement.

La pipette est également rincée avec un peu d'eau déminéralisée prélevée de W; 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  $900^\circ \text{C} \pm 25^\circ \text{C}$ . On pèse après refroidissement dans un exsiccateur.

## 7. Berekening

% minerale fractie < 16  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{m}$ )
- 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

$$\frac{i}{20} \quad \text{en de factor 250 met } \frac{20}{i}$$

## 7. Calcul

% de fraction minérale < 16 µm de la matière sèche =

$$(a-16) \times 1,064 \times \frac{250}{1000} \times \frac{100}{(100-V_{ss})}$$

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'exactlyment 20,0 ml

1,064 = correction pour l'eau de rétention éliminée lors de la calcination (= 6 % de la fraction < 16 µm)

250 = facteur de dilution

V<sub>ss</sub> = teneur en humidité de l'échantillon sèche à l'air"

Observation

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  $\mu\text{m}$  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 bezinkingstijd van 15 minuten en de pipeteerdiepte voor de fractie < 16  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{m}$  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		

Observation

La durée de sédimentation de 15 minutes et le niveau auquel il y a lieu de prélever à la pipette pour la fraction < 16  $\mu\text{m}$  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.

**Methode BNL-DIV-5-c:****Bepaling van de verteringsgraad van veen, turfstrooisel en tuinturf****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van de verteringsgraad van veen, turfstrooisel en tuinturf. Hiermee wordt het percentage van de organische stof aangegeven, dat bij de hydrolyse met zwavelzuur niet in oplossing gaat. Aangezien gedurende de veenvorming de niet-hydrolyseerbare stoffen verhoudingsgewijs toenemen, kan deze verhouding als maat voor de verteringsgraad dienen.

**2. Principe**

Bij de behandeling van het monster met zwavelzuur worden de gemakkelijk verteerbare stoffen opgelost en na filtratie verwijderd. Het gloeiverlies van het residu dat overblijft na hydrolyse met zwavelzuur, wordt gelijkgesteld aan organische stof. De verteringsgraad is de procentuele verhouding van de niet-hydrolyseerbare organische stof en de totale organische stof.

**3. Reagentia en hulpmiddelen**

3.1 Gedestilleerd water of water met equivalente zuiverheid

3.2 Zwavelzuur,  $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 26 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,635 \text{ kg/l}$

Meng voorzichtig 720 ml zwavelzuur ( $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ kg/l}$ ) met 280 ml water.

**4. Apparatuur**

4.1. Bekerglasjes van 50 ml, laag model, voorzien van horlogeglasjes en passende (korte) roerstaafjes

4.2. Platbodemkolven van 750 ml, voorzien van slijpstuk waarop terugvloei koelers kunnen aangesloten worden

4.3. Porceleinen filterkroesjes, porositeit A2, inhoud 30 ml



**Méthode BNL-DIV- 5-c :****Détermination du degré de décomposition de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination du degré de décomposition de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticole. Elle indique le pourcentage de la matière organique qui n'est pas dissout par hydrolyse à l'acide sulfurique. Comme la fraction des matières non hydrolysables augmente proportionnellement lors de la formation de fagnes, cette proportion peut servir de mesure du degré de décomposition.

**2. Principe**

Lors du traitement de l'échantillon à l'acide sulfurique, les substances facilement décomposables sont dissoutes et éliminées après filtration. La perte à la calcination du résidu après hydrolyse à l'acide sulfurique équivaut à la matière organique. Le degré de décomposition est le pourcentage de matière organique non hydrolysable par rapport à la matière organique totale.

**3. Réactifs et accessoires**

3.1. Eau distillée ou eau d'une pureté équivalente

3.2. Acide sulfurique ( $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 26 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,635 \text{ kg/l}$ ).

Mélanger prudemment 720 ml d'acide sulfurique ( $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 36 \text{ mol/l}$ ,  $\rho_{20} = 1,84 \text{ kg/l}$ ) avec 280 ml d'eau.

**4. Appareillage**

4.1. Bêchers de 50 ml, modèle bas, pourvus de verres de montre et baguettes (courtes) appropriées

4.2. Ballons de 750 ml à fond plat munis d'un embout effilé sur lequel les réfrigérants à reflux peuvent être adaptés

4.3. Creusets filtrants en porcelaine, de porosité A2, contenance 30 ml

### 5. Bereiding van het analysemonster

Maal het luchtdroge materiaal tot het een zeef met maaswijdten van 0,3 mm kan passeren (zie BNL-DIV-5-a, methode B).

### 6. Werkwijze

Weeg, op 0,2 mg nauwkeurig, ongeveer 1 g analysemonster af in een bekersglasje (4.1). Voeg onder roeren geleidelijk 10 ml zwavelzuur (3.2.) toe. Zet het roeren voort tot volledige homogenisatie en roer vervolgens elk kwartier om. Spoel het mengsel na 3 uur over in een platbodempkolf (4.2). Vul met water (3.1.) aan tot 400 ml en kook daarna gedurende 5 uur zacht onder terugvloeiokoeling. Zwenk de kolf af en toe om zodat kleine deeltjes van de wand worden verwijderd.

Koel af en filtreer de bovenstaande heldere vloeistof door een filterkroes (4.3). Spoel daarna het residu met water (3.1.) over in de kroes en was met water (3.1.) tot sulfaatvrij. Droog de kroes gedurende 4 uur bij  $100^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ . Koel af in een exsiccator en weeg tot op 0,2 mg nauwkeurig. Plaats de filterkroes vervolgens in een koude moffeloven en gloei gedurende 2 uur bij  $900^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ . Koel af in een exsiccator en weeg opnieuw tot op 0,2 mg nauwkeurig.

### 7. Berekening

Bereken de verteringsgraad "r" uitgedrukt als de procentuele massafractie van de organische stof, die bij de hydrolyse met zwavelzuur niet in oplossing gaat, met de onderstaande formule en rond het resultaat af op 0,5%:

$$r = \frac{(K-L) \cdot 10^6}{g \cdot (100 - V_w) \cdot a}$$

waarin:

g = de ingewogen hoeveelheid luchtdroog analysemonster is, in g

K = het gewicht van het kroesje met het residu na hydrolyse is, in g

L = het gewicht van het kroesje met het residu na gloeien is, in g

$V_w$  = het vochtgehalte van het luchtdroge analysemonster is, in % (zie BNL-DIV-5-a, methode B)

a = het gehalte aan organische stof in de droge stof is in %, eventueel gecorrigeerd voor kooldioxide uit carbonaten (zie BNL-DIV-5-b)

-----

### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Moudre la matière sèche à l'air jusqu'à ce qu'elle puisse passer à travers un tamis avec un diamètre de mailles de 0,3 mm (cf. BNL-DIV-5-a, méthode B).

### 6. Mode opératoire

Peser, à 0,2 mg près, environ 1 g d'échantillon dans un petit bêcher (4.1.). Tout en agitant, ajouter progressivement 10 ml d'acide sulfurique (3.2.). Continuer à agiter à la baguette jusqu'à homogénéisation complète et agiter ensuite tous les quarts d'heure. Après trois heures transvaser le mélange dans un ballon à fond plat (4.2.). Porter à 400 ml avec de l'eau et faire bouillir à feu doux pendant 5 heures sous réfrigérant à reflux. Agiter doucement le ballon de temps en temps de manière à détacher les petites particules qui adhèrent à la paroi.

Laisser refroidir et filtrer le liquide clair sur un creuset filtrant (4.3.). Transvaser ensuite le résidu avec de l'eau dans le creuset et laver à l'eau (3.1.) jusqu'à disparition des ions sulfates. Sécher le creuset pendant 4 heures à  $100^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ . Refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,2 mg près. Placer le creuset filtrant ensuite dans un four à moufle non chauffé et calciner durant 2 heures à  $900^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ . Refroidir dans un dessiccateur et peser à nouveau à 0,2 mg près.

### 7. Calcul

Calculer le degré de décomposition « r » exprimé en tant que fraction en pour cent de la masse de la matière organique non solubilisée lors de l'hydrolyse à l'acide sulfurique, selon la formule suivante et arrondir le résultat à 0,5 % :

$$r = \frac{(K - L) \cdot 10^6}{g \cdot (100 - V_{\text{sa}}) \cdot a}$$

où

g = la prise d'essai de l'échantillon sec à l'air, en g

K = le poids du creuset contenant le résidu après hydrolyse, en g

L = le poids du creuset contenant le résidu après calcination, en g

$V_{\text{sa}}$  = la teneur en humidité de l'échantillon sec à l'air, en % (cf. BNL-Div-5-a, méthode B)

a = la teneur de la substance sèche en matière organique, en %, corrigée éventuellement pour le dioxyde de carbone provenant des carbonates (cf. BNL-Div-5-b)

**BNL-DIV-5-d-e-f :****Bepaling van de pH, de specifieke geleidbaarheid en het chloorgehalte van veen, turfstrooisel en tuinturf****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van de pH, de specifieke geleidbaarheid en het chloorgehalte in het waterige extract van veen, turfstrooisel en tuinturf. De pH is een maat voor de zuurtegraad en de specifieke geleidbaarheid voor het gehalte aan in water oplosbare minerale bestanddelen.

**2. Principe**

De pH, de specifieke geleidbaarheid en het chloorgehalte worden elektrochemisch bepaald in hetzelfde waterige extract (1 volumedeel analysemonster : 5 volumedelen water). De pH wordt met een pH-meter en bijbehorende elektroden gemeten. De specifieke geleidbaarheid van het extract wordt met een geleidbaarheidsmeter bepaald. Het gehalte aan chloor, in de vorm van het chloride-ion, wordt bepaald door middel van een amperometrische titratie.

**3. Regentia en hulpmiddelen**

3.1. Gedestilleerd water of water met equivalente zuiverheid

3.2. Kaliumchloride-oplossing,  $c(\text{KCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$

Los 37,28 g kaliumchloride op in ongeveer 400 ml water (3.1.) in een maatkolf van 500 ml. Vul aan met water (3.1.) en meng

3.3. Kaliumchloride-oplossing,  $c(\text{KCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$

Pipetteer 10 ml van de kaliumchloride-oplossing (3.2.) in een maatkolf van 100 ml. Vul aan met water (3.1.) en meng. Bereid dagelijks een verse oplossing. De specifieke weerstand bij  $18^\circ \text{C}$  van deze oplossing bedraagt 817 ohm.cm.

**BNL-DIV-5-d-e-f :**

**Détermination du pH, de la conductivité spécifique et de la teneur en chlore de la terre de tourbières, de la litière de tourbe et de la tourbe horticoles**

**1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination du pH, de la conductivité spécifique et de la teneur en chlore dans un extrait aqueux de terre de tourbières, de litière de tourbe et de tourbe horticoles. Le pH est la mesure du degré d'acidité, et la conductivité spécifique indique la teneur en constituants minéraux solubles dans l'eau.

**2. Principe**

Le pH, la conductivité spécifique et la teneur en chlore sont déterminés par électrochimie dans le même extrait aqueux (1 volume de l'échantillon à analyser : 5 volumes d'eau). Le pH est mesuré au moyen d'un pH-mètre à électrodes appropriées. La conductivité spécifique de l'extrait est déterminée à l'aide d'un conductivimètre. La teneur en chlore, sous forme d'ion chlorure, est déterminée par titrage ampérométrique.

**3. Réactifs et accessoires**

3.1. Eau distillée ou eau de pureté équivalente

3.2. Solution de chlorure de potassium,  $c(\text{KCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$

Dissoudre 37,28 g de chlorure de potassium dans environ 400 ml d'eau (3.1.) dans un ballon jaugé de 500 ml. Porter au trait avec de l'eau (3.1.) et mélanger.

3.3. Solution de chlorure de potassium,  $c(\text{KCl}) = 0,01 \text{ mol/l}$

Introduire à la pipette 10 ml de la solution de chlorure de potassium (3.2.) dans un ballon jaugé de 100 ml. Porter au trait avec de l'eau (3.1.) et mélanger. Préparer chaque jour une solution fraîche. La résistance spécifique de cette solution à 18° C est de 817 ohm.cm.

- 3.4 Zilvernitraatoplossing,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$   
Los 8,494 g zilvernitraat op in ongeveer 600 ml water (3.1.) in een maatkolf van 1 l. Vul aan met water (3.1.) en meng. Bewaar deze oplossing in het donker.
- 3.5. Actieve kool
- 3.6. Carrez-I-oplossing  
Los 219 g zinkacetaat ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) en 30 g ijszijn ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) op in 1 l water (3.1.) Bewaar de oplossing in het donker
- 3.7. Carrez-II-oplossing  
Los 106 g kaliumhexacyanoferraat ( $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) op in 1 l water (3.1.). Bewaar de oplossing in het donker.

#### 4. Apparatuur

- 4.1. Maatbeker van 50 ml (cylindrisch), plastic, met een totale inhoud van  $50 \pm 0,1 \text{ ml}$  en een hoogte:diameter-verhouding van 0,8 tot 1,2
- 4.2. Roer-, schud-, of roteerapparaat
- 4.3. pH-meter met een glas- en een calomelelectrode
- 4.4. Geleidbaarheidsmeter met geschikte meetcel (Principe: brug van Wheatstone)
- 4.5. Potentiometer met mogelijkheid voor amperometrie, voorzien van een zilver- en een calomelelectrode, een buret van 5 ml met onderverdeling van 0,01 ml, en een magnetische roerder

#### 5. Bereiding van het analysemonster

Verkruimel indien nodig een hoeveelheid monster van ongeveer 0,5 l, meng goed en bewaar het in een hermetisch gesloten verpakking.

- 3.4 Solution de nitrate d'argent,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$   
Dissoudre 8,494 g de nitrate d'argent dans environ 600 ml d'eau (3.1.) dans un ballon jaugé de 1l. Porter au trait avec de l'eau (3.1.) et mélanger. Conserver cette solution à l'abri de la lumière.
- 3.5 Charbon actif
- 3.6 Solution Carrez-I  
Dissoudre 219 g d'acétate de zinc ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) et 30 g d'acide acétique glacial ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) dans 1 l d'eau (3.1.). Conserver cette solution à l'abri de la lumière.
- 3.7 Solution Carrez-II  
Dissoudre 106 g d'hexacyanoferrate de potassium ( $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) dans 1 l d'eau (3.1.). Conserver cette solution à l'abri de la lumière.

#### 4. Appareillage

- 4.1. Bécher gradué (cylindrique) de 50 ml en plastique, d'une contenance totale de  $50 \pm 0,1 \text{ ml}$ , présentant un rapport hauteur : diamètre de 0,8 à 1,2
- 4.2. Mélangeur, agitateur ou culbuteur
- 4.3. pH-mètre à électrode de verre et électrode au calomel
- 4.4. Conductivimètre à cellule de mesure appropriée (principe : pont de Wheatstone)
- 4.5. Potentiomètre permettant une ampérométrie, muni d'une électrode en argent et d'une électrode au calomel, d'une burette de 5 ml graduée par 0,01 ml et d'un agitateur magnétique

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Emettre si nécessaire une quantité d'échantillon d'environ 0,5 l, bien mélanger et conserver dans un emballage hermétiquement fermé.

## 6. Werkwijze

### 6.1. Extractie

Vul een maatbeker van 50 ml (4.1.) tot aan de rand met analysemonster op een zodanige wijze dat geen grote luchtholten overblijven, doch zonder het materiaal te hard aan te drukken. Breng over in een erlenmeyer van 500 ml, voeg 250 ml water (3.1.) toe en extraheer gedurende 1 uur (4.2.). Laat gedurende een half uur bezinken. Gebruik de bovenstaande vloeistof voor de bepalingen.

### 6.2. Bepaling van de pH

Meet de pH met de pH-meter (4.3.) in tweevoud in het extract (6.1.).

### 6.3. Bepaling van de specifieke geleidbaarheid

Meet met behulp van de geleidbaarheidsmeter (4.4) de elektrische weerstand (in ohm) van achtereenvolgens de oplossing van 0,01 mol/l kaliumchloride (3.3) en van het extract (6.1). Spoel tussentijds de meetcel met water (3.1.) en droog deze met tissuepapier. Meet tijdens de bepaling van de elektrische weerstand de temperatuur van beide oplossingen tot op 0,1°C nauwkeurig.

### 6.4. Bepaling van het chloorgehalte

Pipetteer 25 ml extract (6.1) in een maatkolf van 50 ml. Voeg ongeveer 0,5 g actieve kool (3.5) en 5 ml Carrez-I-oplossing (3.6) toe en meng. Voeg vervolgens 5 ml Carrez-II-oplossing (3.7) toe en meng opnieuw. Vul aan met water (3.1.), meng en filtreer door een vouwfilter. Bereid op dezelfde wijze een blanco-oplossing, uitgaande van 25 ml water (3.1.) in plaats van extract. Pipetteer 5 tot 25 ml filtraat, dat 2 tot 10 mg chloor bevat, in een bekersglas van 100 ml. Voeg water (3.1.) toe tot een volume van ongeveer 50 ml en roer (4.5.).



## 6. Mode opératoire

### 6.1. Extraction

Remplir un bécher gradué de 50 ml (4.1.) jusqu'au bord avec l'échantillon à analyser de manière à ce qu'il n'y ait plus de grandes bulles d'air, toutefois sans exercer une trop grande pression sur l'échantillon. Transvaser dans un Erlenmeyer de 500 ml, ajouter 250 ml d'eau (3.1.) et extraire durant une heure (4.2.). Laisser décanter pendant une demi-heure. Utiliser le liquide surnageant pour les déterminations

### 6.2. Détermination du pH

Mesurer le pH en double dans l'extrait (6.1.) au moyen du pH-mètre (4.3.).

### 6.3 Détermination de la conductivité spécifique

Mesurer à l'aide du conductivimètre (4.4.) la résistance électrique (en ohm) de la solution de chlorure de potassium à 0,01 mol/l (3.3.) et ensuite de l'extrait (6.1). Rincer entre-temps la cellule de mesure à l'eau (3.1.) et sécher celle-ci avec du papier-linge. Mesurer la température des deux solutions à 0,1° C près lors de la détermination de la résistance électrique.

### 6.4 Détermination de la teneur en chlore

Introduire 25 ml de l'extrait (6.1) à la pipette dans un ballon jaugé de 50 ml. Ajouter environ 0,5 g de charbon actif (3.5) et 5 ml de solution Carrez-I (3.6) et mélanger. Ajouter ensuite 5 ml de solution Carrez-II (3.7) et mélanger à nouveau. Porter au trait avec de l'eau (3.1), mélanger et filtrer sur un filtre plissé. Préparer de la même manière une solution à blanc avec 25 ml d'eau (3.1) en remplacement de l'extrait. Introduire à la pipette 5 à 25 ml du filtrat contenant 2 à 10 mg de chlore dans un bécher de 100 ml. Porter au volume d'environ 50 ml avec de l'eau (3.1) et agiter (4.5).

Dompel de elektroden (4.5) onder de vloeistofspiegel en roer met een lage snelheid. Voeg druppelsgewijs zilvernitraatoplossing (3.4.) uit de buret (4.5.) toe en meet de potentiaal (mV). Beëindig de titratie juist voorbij de potentiaalsprong. Bepaal het equivalentiepunt aan de hand van een titratiecurve, waarbij de potentiaal (mV) wordt uitgezet als functie van het volume (ml) aan toegevoegde zilvernitraatoplossing.

Voer dezelfde bewerking uit met eenzelfde volume van de blanco-oplossing.

## 7. Berekening

### 7.1. pH

Bereken de pH door de gemiddelde waarde van de 2 metingen af te ronden op 0,1.

### 7.2. Specifieke geleidbaarheid

Bereken de specifieke geleidbaarheid ( $K_{18}$ ) bij 18°C uitgedrukt in microSiemens per cm ( $\mu\text{S/cm}$ ) met de volgende formule :

$$K_{18} = \frac{10^6}{817} \cdot \frac{R_T(\text{KCl})}{T_f(\text{KCl})} \cdot \frac{T_f(\text{extr})}{R_T(\text{extr})}$$

waarin:

817 = de specifieke weerstand is van een kaliumchloride-oplossing van 0,01 mol/l bij 18°C in (ohm.cm).

$R_T(\text{KCl})$  = de weerstand is van een kaliumchloride-oplossing van 0,01 mol/l, in ohm

$R_T(\text{extr})$  = de weerstand van het extract is, in ohm

$T_f(\text{KCl})$  = de correctiefactor is voor het herleiden van de gemeten temperatuur van de kaliumchloride-oplossing van 0,01 mol/l naar 18°C (zie 8).

$T_f(\text{extr})$  = de correctiefactor is voor het herleiden van de gemeten temperatuur van het extract naar 18°C (zie 8).

Plonger les électrodes (4.5) dans le liquide et agiter à vitesse réduite. Ajouter goutte à goutte la solution de nitrate d'argent (3.4) à l'aide de la burette (4.5) et mesurer le potentiel (mV). Cesser le titrage juste après le saut de potentiel. Déterminer le point d'équivalence à l'aide d'une courbe de titrage sur laquelle le potentiel (mV) est fonction du volume (ml) de la solution de nitrate d'argent ajoutée.

Réaliser la même opération avec un même volume de la solution à blanc.

## 7. Calcul

### 7.1: pH

Calculer le pH en arrondissant à 0,1 la valeur moyenne des deux mesures.

### 7.2. Conductivité spécifique

Calculer la conductivité spécifique ( $K_{18}$ ) à 18° C, exprimée en microSiemens par cm ( $\mu\text{S/cm}$ ) selon la formule suivante :

$$K_{18} = \frac{10^6}{817} \cdot \frac{R_T(\text{KCl})}{T_f(\text{KCl})} \cdot \frac{T_f(\text{extr})}{R_T(\text{extr})}$$

dans laquelle

817= la résistance spécifique d'une solution de chlorure de potassium à 0,01 mol/l à 18° C (ohm.cm)

$R_T(\text{KCl})$  = la résistance d'une solution de chlorure de potassium à 0,01 mol/l, en ohm

$R_T(\text{extr})$  = la résistance de l'extrait, en ohm

$T_f(\text{KCl})$  = le facteur de correction permettant de ramener à 18° C la température mesurée pour la solution de chlorure de potassium à 0,01 mol/l (cf. 8)

$T_f(\text{extr})$  = le facteur de correction permettant de ramener à 18° C la température mesurée pour l'extrait (cf. 8).

### 7.3. Chloorgehalte

Bereken het chloorgehalte ( $w_{Cl}$ ) uitgedrukt in mg chloride per liter oorspronkelijk monster met de volgende formule :

$$w_{Cl} = \frac{17726 \cdot (E_x - E_b)}{v}$$

waarin:

- $E_x$  = de hoeveelheid zilvernitraat is nodig voor het bepalen van het equivalentiepunt bij de titratie van het extract, in ml
  - $E_b$  = de hoeveelheid zilvernitraat is nodig voor het bepalen van het equivalentiepunt bij de titratie van de blanco-oplossing, in ml
  - $v$  = het volume van het aliquoot genomen uit het filtraat, in ml
-

## 8. Bijlage

Specifieke geleidbaarheid : Correctiefactoren  $T_1$  voor het herleiden van de temperatuur naar 18°C

	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
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	0,998	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	0,916	0,914	0,912	0,910	0,908	0,906	0,904	0,902	0,900	0,899
23	0,897	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

## 7.3. Teneur en chlore

Calculer la teneur en chlore ( $w_{Cl}$ ), exprimée en mg de chlorure par litre de l'échantillon initial selon la formule suivante :

$$w_{Cl} = \frac{17726 \cdot (E_x - E_b)}{v}$$

dans laquelle :

- $E_x$  = la quantité de nitrate d'argent nécessaire pour la détermination du point d'équivalence lors du titrage de l'extrait, en ml
- $E_b$  = la quantité de nitrate d'argent nécessaire pour la détermination du point d'équivalence lors du titrage de la solution à blanc, en ml
- $v$  = le volume de la part aliquote prélevée sur le filtrat, en ml
-

## 8. Annexe

Conductivité spécifique : facteurs de correction  $T_1$  permettant de ramener la température à 18° C

	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
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	0,998	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	0,916	0,914	0,912	0,910	0,908	0,906	0,904	0,902	0,900	0,899
23	0,897	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

**BNL-DIV-5 g :****Bepaling van de watercapaciteit****1. Doel en toepassingsgebied**

In dit voorschrift wordt een methode beschreven voor de bepaling van de watercapaciteit (waterretentie, waterabsorberend vermogen) van organische en synthetische bodemverbeterende middelen.

**2. Principe**

Het monster wordt in vacuüm verzadigd met gedemineraliseerd water. Droge monsters zoals hydrogels worden van te voren eerst bevochtigd. Gedurende een bepaalde tijd laat men de met water verzadigde monsters uitlekken bij een gemiddelde pF-waarde van 1. Vervolgens wordt de hoeveelheid in het monster aanwezig water door weging bepaald.

**3. Reagentia**

Gedestilleerd of gedemineraliseerd water met een specifieke geleidbaarheid van maximaal 1 microSiemens per cm.

**4. Apparatuur**

4.1. Afzuigpot volgens Witt (zie bijlage) met een hoogte van 22,5 cm en een diameter van 15 cm en voorzien van :

- een buisje door het deksel met een draaibaar Z-vormig uiteinde voor de watertoevoer ;
- een cilindrisch vat van 19 cm hoog, dat in de afzuigpot past ;
- een verbinding via 2 driewegkranen aan een luchtinlaat, een afzuigpomp en een manometer ;
- plastic buizen van hetzelfde gewicht met een lengte van ca. 20 cm en diameter van 4 cm, aan de onderzijde met fijnmazig nylon afgesloten, waartoe aan de buizen een "kraagje" is aangebracht ;
- loden gewichten van 200 g en diameter 38 mm.



**BNL-Div-5-g :****Détermination de la capacité d'absorption d'eau****1. Objet et domaine d'application**

Le présent document décrit une méthode pour la détermination de la capacité d'absorption d'eau (rétention d'eau, pouvoir hydrophile) des amendements organiques et synthétiques du sol.

**2. Principe**

L'échantillon est saturé d'eau déminéralisée sous vide. Les échantillons secs du type hydrogels sont préalablement humidifiés. On laisse égoutter durant un temps déterminé les échantillons saturés d'eau sous une valeur pF moyenne de 1. Ensuite, la quantité d'eau présente dans l'échantillon est déterminée par pesée.

**3. Réactifs**

Eau distillée ou déminéralisée avec une conductivité spécifique maximale de 1 microSiemens par cm.

**4. Appareillage**

- 4.1. Jarre à vide selon Witt (cf. annexe) d'une hauteur de 22,5 cm et d'un diamètre de 15 cm et munie :
- d'un petit tube traversant le couvercle avec une extrémité tournante en forme de Z pour l'adduction d'eau ;
  - d'un vase cylindrique de 19 cm de hauteur, pouvant être placé dans la jarre à vide;
  - d'une connexion, par 2 robinets à trois voies, à un tube d'amenée d'air, une pompe à vide et un manomètre ;
  - de tubes en plastique du même poids, d'une longueur d'environ 20 cm, d'un diamètre de 4 cm, dont l'ouverture inférieure est recouverte d'une gaze en nylon à fines mailles et munis à cet effet d'un petit évasement;
  - de poids de plomb de 200 g d'un diamètre de 38 mm.

4.2. Apparaat voor het uitlekken (zie bijlage), bestaande uit de volgende delen :

- een platte schaal met een regeling voor een constant waterniveau ;
- een geperforeerde vlakke plaat (bijvoorbeeld porceleinen 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.

**5. Bereiding van het analysemonster**

Verkruimel indien nodig ca. 1,5 liter monster van organische bodemverbeterende middelen zoals veen, turfstrooisel, tuinturf, loofboomschors, meng goed en bewaard het in een hermetisch gesloten verpakking.

Bevochtig droge, synthetische bodemverbeterende middelen zoals hydrogels eerst op de volgende wijze:

Breng 1 l water (3.1.) in een plastic bak. Voeg al roerend ca. 1 g van het product toe. Laat gedurende 24 uur staan en roer af en toe om. Voeg als al het water is gebonden extra water toe tot het monster oververzadigd is. Giet het overtollige water af door een plastic zeef en laat de gel op de zeef uitlekken. Het uitgelekte materiaal dient zowel voor de bepaling van de watercapaciteit als van het vochtgehalte.

**6. Werkwijze**

Dompel de plastic buizen in water (3.1.), laat 5 minuten uitlekken op de daartoe bestemde apparatuur (4.2.) en weeg (massa m gram). Vul de buizen met het analysemonster in porties van ca. 20 ml (ongeveer 1/10 deel van de totale inhoud).

- 4.2. Appareil pour l'égouttement (cf. annexe), comprenant les éléments suivants :
- un plateau muni d'un dispositif pour assurer un niveau d'eau constant ;
  - une plaque perforée (par exemple, une plaque d'un dessiccateur en porcelaine) 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.

#### 5. Préparation de l'échantillon à analyser

Emettre au besoin environ 1,5 litre de l'échantillon d'amendements organiques du sol, tels que la terre de tourbières, la litière de tourbe, la tourbe horticole et l'écorce d'arbres feuillus, bien mélanger et conserver dans un emballage hermétiquement fermé.

Humidifier préalablement les amendements synthétiques secs du sol du type hydrogels selon la méthode suivante :

Verser 1 l d'eau (3.1.) dans un bac en plastique. Ajouter sous agitation constante environ 1 g du produit. Laisser reposer 24 heures et agiter de temps à autre. Lorsque toute l'eau est absorbée, ajouter un supplément d'eau jusqu'à sursaturation. Eliminer l'eau excédentaire sur un tamis en plastique et laisser égoutter le gel sur le tamis. Le matériel égoutté sert tant à la détermination de la capacité d'absorption d'eau qu'à la détermination de la teneur en humidité.

#### 6. Mode opératoire

Immerger les tubes en plastique dans l'eau (3.1.), laisser égoutter 5 minutes sur l'appareillage prévu à cet effet (4.2.) et peser (masse m grammes). Remplir les tubes avec l'échantillon à analyser par portions d'environ 20 ml (environ 1/10 de la contenance totale).

Laat de buis na elke toegevoegde portie van een hoogte van 5 cm 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. Weeg de buizen (zonder gewichten) (massa n gram). De gewichten van de duplo's mogen niet meer dan 10 g verschillen, anders moeten de buizen opnieuw gevuld worden. Dit treedt alleen op bij monsters die sterk ontmengen en waarbij onvoldoende zorg is besteed aan het vullen van de buizen.

Houd na voorbevochtiging van monsters synthetische bodemverbeterende middelen zoals hydrogels het overblijvende deel apart voor de bepaling van het vochtgehalte. Weeg hiertoe van de uitgelekte gel (zie 5) ongeveer 500 g materiaal, tot 0,01 g nauwkeurig, af in een getarreerde platte schaal. Plaats deze gedurende minimaal 12 uur, tot constant gewicht, in een droogstof bij  $100^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , koel af en weeg, tot 0,01 g nauwkeurig. Het vochtgehalte is gelijk aan het procentueel gewichtsverlies dat hierbij is opgetreden.

Plaats daarna de buizen, voorzien van het gewicht, in een kring in het zich in de afzuigpot bevindende vat en vul het vat met water (3.1.) tot ca. 2 cm boven het oppervlak van het monster in de buizen. Reduceer de druk in de afzuigpot binnen een half uur tot 30 mm Hg en handhaaf deze onderdruk gedurende 15 minuten. Voeg met behulp van het draaibaar Z-vormig uiteinde (4.1.) water toe, indien zich boven het monster in de buis geen water bevindt. Voer lucht toe in de afzuigpot door de inlaat voorzichtig te openen, wanneer het waterpeil binnen en buiten de buis even hoog is (hierdoor zal het water in de buizen dalen). Voeg opnieuw water toe via het draaibaar Z-vormig uiteinde. Hef het vacuüm langzaam geheel op door afwisselend lucht en water toe te laten. Zorg er gedurende deze behandeling voor dat het oppervlak van het monster steeds onder water blijft. Evacueer anders opnieuw. Verwijder de gewichten en laat de buizen nog ca. 24 uur in het water staan. Neem ze daarna uit het water, plaats ze gedurende 15 minuten op het apparaat voor het uitlekken (4.2.) en weeg tenslotte (massa p gram).

Après l'introduction de chaque portion, laisser 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 200 g. Peser les tubes (sans les poids) (masse n grammes). La double pesée ne peut accuser une différence de plus de 10 g, sinon il y a lieu de remplir à nouveau les tubes. Ce cas ne se présente que pour les échantillons qui ne sont pas homogènes et pour lesquels le remplissage n'a pas été effectué avec le soin nécessaire.

Pour les amendements synthétiques du sol du type hydrogels, tenir la partie restante de l'échantillon à analyser préalablement humidifié à part pour la détermination de la teneur en humidité. Pour ce faire, peser à 0,01 g près environ 500 g du gel égoutté (cf. 5) sur un plateau taré. Placer ce dernier dans une étuve à  $100^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  pendant 12 heures au minimum jusqu'à l'obtention d'un poids constant, laisser refroidir et peser à 0,01 g près. La teneur en humidité est égale à la perte de poids en pour cent qui en résulte.

Placer ensuite les tubes munis de leur poids en cercle dans le vase qui se trouve dans la jarre à vide et remplir le vase d'eau (3.1.) jusqu'à un niveau qui dépasse d'environ 2 cm la surface de l'échantillon dans les tubes. Réduire dans la demi-heure la pression dans la jarre à vide à 30 mm de Hg et maintenir ce vide pendant 15 minutes. S'il n'y a pas d'eau au-dessus de l'échantillon dans le tube, ajouter de l'eau par l'extrémité tournante en forme de Z (4.1.). Lorsque les niveaux d'eau à l'intérieur et à l'extérieur du tube sont à la même hauteur (de ce fait, le niveau d'eau dans les tubes descend), laisser entrer de l'air dans la jarre à vide en ouvrant prudemment le tube d'entrée. Ajouter à nouveau de l'eau par l'extrémité tournante en forme de Z. Comblent lentement le vide par des additions alternatives d'air et d'eau. Veiller à ce que, pendant toute l'opération, la surface de l'échantillon reste constamment recouverte d'eau. Sinon, refaire le vide. Enlever les poids et laisser les tubes encore environ 24 heures dans l'eau. Les retirer ensuite de l'eau, les placer pendant 15 minutes sur l'appareil d'égouttement (4.2) et enfin les peser (masse p grammes).

## 7. Berekening

Bereken de watercapaciteit uitgedrukt in gram gedemineraliseerd water per 100 gram droge stof en afgerond op 10 g, met de volgende formule :

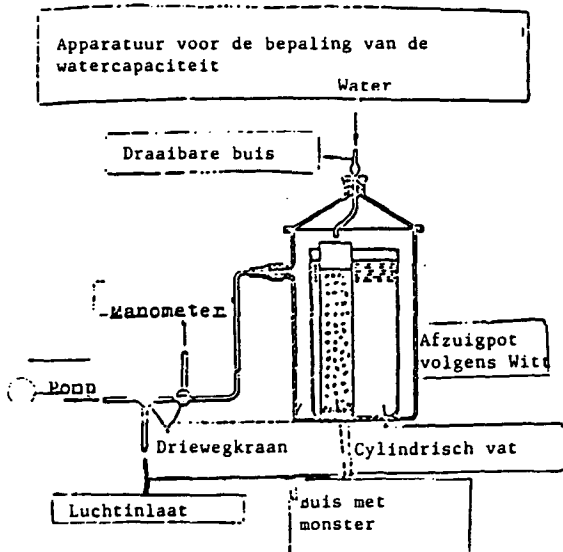
$$\text{watercapaciteit} = \frac{10^4 \cdot (p - n)}{(n - m) \cdot (100 - V)}$$

waarin:

- m = de massa van de lege buis is, in g
- n = de massa is van de buis gevuld met analysemateriaal, in g
- p = de massa is van de buis gevuld met analysemateriaal verzadigd met water, in g
- V = het vochtgehalte van het vers monster is of, in het geval van syntetische bodemverbeteringsmiddelen zoals hydrogels, van het van te voren bevochtigd monster, in % (m/m).

## 8. Bijlage

### 8.1. Schema van de afzuigpot volgens Witt (4.1.)



## 7. Calcul

Calculer la capacité d'absorption d'eau exprimée en grammes d'eau déminéralisée par 100 grammes de matière sèche et arrondie à la dizaine selon la formule suivante :

$$\text{capacité d'absorption d'eau} = \frac{10^4 \cdot (p - n)}{(n - m) \cdot (100 - V)}$$

dans laquelle :

m = est la masse du tube vide, en g

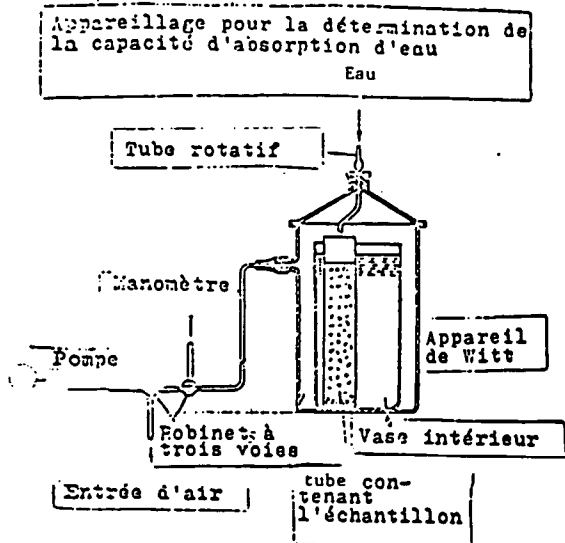
n = est la masse du tube rempli avec la matière à analyser, en g

p = est la masse du tube rempli avec la matière à analyser saturée d'eau, en g

V = est la teneur en humidité de l'échantillon frais ou, en cas d'amendements synthétiques du sol du type hydrogels, de l'échantillon préalablement humidifié, en % (m/m).

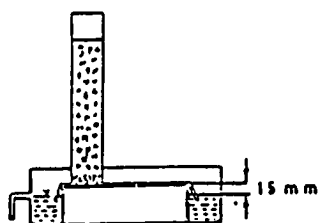
## 8. Annexe

## 8.1. Schéma de la jarre à vide selon Witt (4.1.)



## 8.2. Schema van het apparaat voor het uitlekken (4.2.)

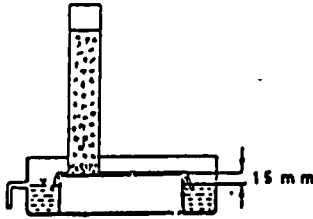
Apparatuur voor het uitlekken





## 8.2. Schéma de l'appareil pour l'égouttement (4.2.)

Appareillage pour l'égouttement



## NEWSLETTER

In de Newsletter worden regelmatig interviews en artikels gepubliceerd over de Benelux-actualiteit.

Deze uitgave is verkrijgbaar op het Secretariaat-Generaal van de Benelux Economische Unie, Regentschapsstraat 39, 1000 Brussel.

## NEWSLETTER

La Newsletter publie régulièrement des interviews et articles sur l'actualité du Benelux.

Cette publication peut être obtenue au Secrétariat général de l'Union économique Benelux, 39, rue de la Régence, 1000 Bruxelles.

## NIET-PERIODIEKE PUBLICATIES VAN HET SECRETARIAAT-GENERAAL

Het Secretariaat-Generaal geeft ook niet-periodieke publicaties uit o.m. op sociaal, financieel en statistisch gebied. De volledige lijst van de niet-periodieke publicaties is eveneens verkrijgbaar op het Secretariaat-Generaal van de Benelux Economische Unie.

## 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 également au Secrétariat général de l'Union économique Benelux.

## PRIJZEN

De volledige verzameling der  
Benelux-Basisteksten (t/m de 156e  
aanvulling, losbladig, in 15 plastic  
banden) kost € 428

## KANTOOR voor VERKOOP en ABONNEMENTEN

Secretariaat-Generaal van de  
Benelux Economische Unie  
Regentschapsstraat, 39  
1000 Brussel

België – PCR 000-0268003-89  
Nederland – Postbank 1488396  
Luxemburg – CCP 26275-85

## PRIX

La collection complète des Textes  
de base Benelux (y compris le  
156ème supplément, sur feuillets  
mobiles, 15 reliures en plastic)  
coûte € 428

## BUREAU de VENTE et d'ABONNEMENTS

Secrétariat général de  
l'Union économique Benelux  
39, rue de la Régence  
1000 Bruxelles

Belgique – CCP 0000268003-89  
Pays-Bas – Postbank 1488396  
Luxembourg – CCP 26275-85