

## 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.

## 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>

## 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,

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

## 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

#### 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.

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.

- 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.

---



## 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.

- 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.

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.

- 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.

- 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.

---

## 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.

## 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.

3.14. 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.



#### 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.

---

**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.

- 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

#### 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).

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

**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.
-

**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.

### 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,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$



### 3.10. 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.

## 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.

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

**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.

---

**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 nitroxylenol. Het nitroxylenol 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.

- 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.

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 natriumnitraat-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:

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

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

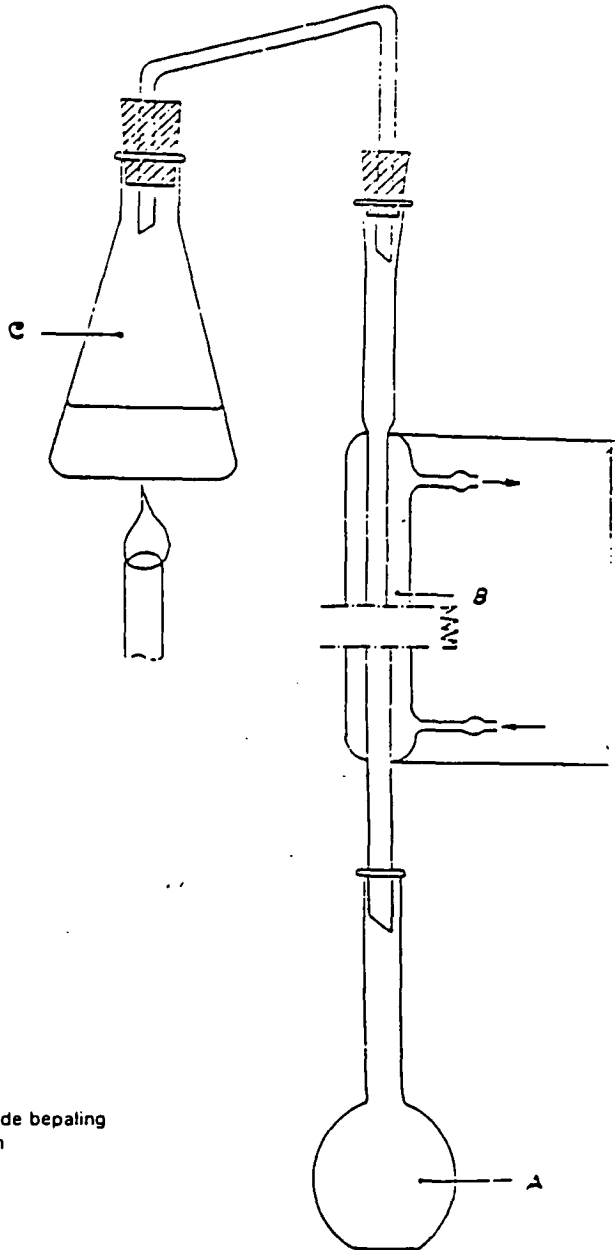
- 8.1. Indien in het aliquot, dat in de erlenmeyer gepipetteerd wordt, meer dan 2 mg chloor (Cl) aanwezig is, pipetteer dan 5 ml in plaats van 10 ml. Voeg hieraan 5 ml verzadigde zilveracetaatoplossing in water toe, zwenk om en handel daarna verder als in de werkwijze beschreven is, te beginnen met de 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.



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.
-

*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

**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

- 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 ( $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}$ )

#### 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.*

## 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.

## 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.

- 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.).
-



**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 ( $\text{NH}_2\text{CONH}_2$ )

#### 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.).

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.

## 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 % xanthydrolopplossing 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.
-

**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,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$

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.

## 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).

## 6.2. 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.



**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.
-

**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

#### 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.

## 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

**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

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  $5.1 - (5.2 + 5.3 + 5.4 + 5.5)$

---

**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.

- 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).



#### 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.

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).

### 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:

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

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

$v_e$  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.

## 9. Opmerkingen

- 9.1. Bij monsters met een zeer laag gehalte aan ureumstikstof verdient het aanbeveling om 10 of 25 ml zwavelzuuroplossing,  $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,1 \text{ mol/l}$ , (3.5) in opvangkoff B te pipetteren en met natriumhydroxide-oplossing,  $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$  (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  $\text{pH} = 8$  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  $\text{pH} = 8$ .
- 9.3. Natrium-EDTA wordt toegevoegd om de storende invloed van zware metalen op de enzyme-activiteit op te heffen.
-

**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 ( $(CH_3)_2CHCHO$ )

- 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.

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.

---

**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.



**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.

---

**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**

## 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.

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.

**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).

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.

## 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.

### 6.3. 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:

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



**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.

## 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
-

**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 ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )

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 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )

**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.

## 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 bekglas 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 bekglas/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.

### 6.3. 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.

---

**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 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )



#### 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.

## 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.

### 6.3. 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.

**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.

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.

#### 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.

## 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.

---

**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.



- 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.

### 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,  $C_b$ .

### 6.5. 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
-

**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 (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.

### 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.

### 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,  $C_b$ .

### 6.5. 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

-----

**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,  $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 100\%$ ,  $\rho_{20} = 1,05$  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,  $c(\text{HNO}_3) = 7$  mol/l**

Meng 1 volumedeel salpeterzuur,  $c(\text{HNO}_3) = 14$  mol/l,  $\rho_{20} = 1,40$  g/ml, met 1 volumedeel water.

**3.5. Standaard zilvernitraatoplossing,  $c(\text{AgNO}_3) = 0,1$  mol/l, gesteld tot op 0,0001 mol/l.** Het gebruik van een commercieel verkrijgbare oplossing is aanbevolen.

**3.6. Kaliumchloride (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 bekerglas van 250 ml, voeg 5 ml salpeterzuur (3.4) toe en meng. Titreer de inhoud van het bekerglas 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.

#### 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 :

$$w_{Cl} = \frac{(v_m - v_b) \cdot t \cdot v_e \cdot 35,5}{m \cdot v_a \cdot 1000} \cdot 100 \%$$

waarin:

- $w_{Cl}$  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 ...").

---

## 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).

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.

- 3.6. 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 moffeloven, 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.

## 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 terugvloeiokoeling. Kook vervolgens zacht gedurende 30 minuten, onder voortdurende terugvloeiokoeling. 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).

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

**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.

---



**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.

- 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.

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.

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.

### 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.

## 6.2. 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.

### 6.3. 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

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.

---



**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

- 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.

- 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).

## 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.

## 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

-----

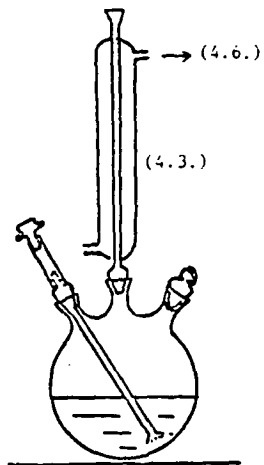
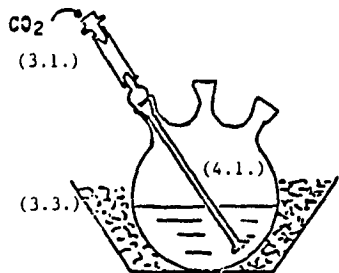
BILLAGE

9.2. Figur 2

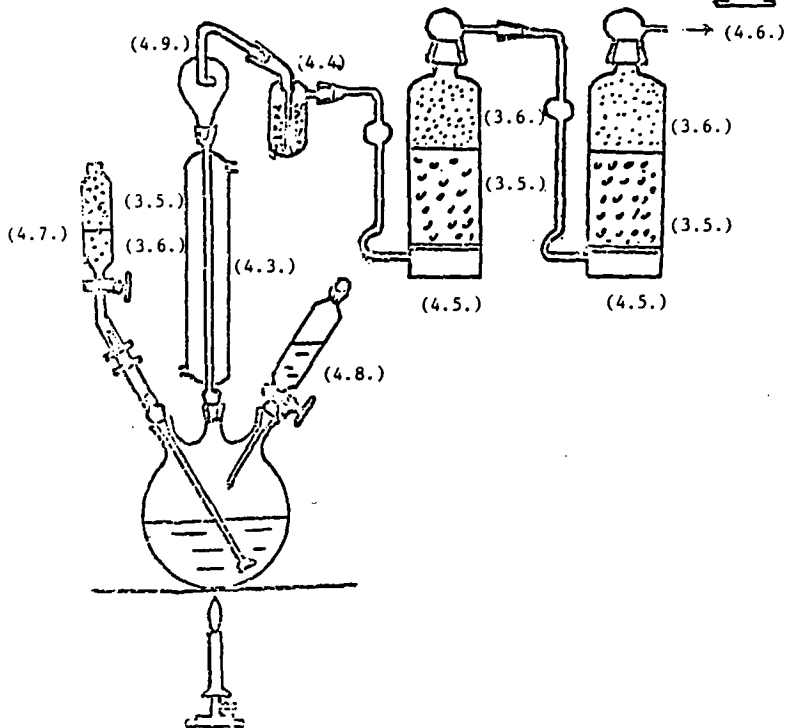
BNL-Ca-4

9. Figuren

9.1. Figur 1



9.3. Figur 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.

- 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)



**3.5. 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.

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.

#### 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)

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.
-

**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 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )

**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. Electriche 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.

### 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 :

$$W_{SO_3} = \frac{0,343 \cdot (M - M_0) \cdot v_e}{v_a \cdot m} \cdot 100 \%$$

waarin:

- $w_{SO_3}$  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<sub>0</sub> de massa van de lege kroes is, in g
- v<sub>e</sub> het volume van de extractie-oplossing is, in ml
- v<sub>a</sub> 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>).

**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.
-



**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 glaspereis  
Droog de kolf met de pareis 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.

## 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 :

$$w_s = \frac{(M - M_o)}{m} \cdot 100 \%$$

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

$M_o$  de massa van de extractiekolf is vóór de aanvang van de proef, in g

m de massa van het analysemonster is, in 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.

**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.

#### 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.

## 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.

## 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

## 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.



**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.

---

**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.

#### 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.

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  $m_2$ ).

### 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 verdampingschaal, in g

$m_1$  de massa van het analysemonster is, in g

$m_2$  de massa is van het vochtdoosje of de verdampingschaal 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) :

$$w_{DS} = \frac{(M_2 - M_0)}{M_1} \cdot \frac{(m_2 - m_0)}{m_1} \cdot 100 \%$$

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
-

## **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.

**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 uitzijnde 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



#### 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.

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.

## 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
-

**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

#### 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.

## 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.

-----

**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.

## 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.



## 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

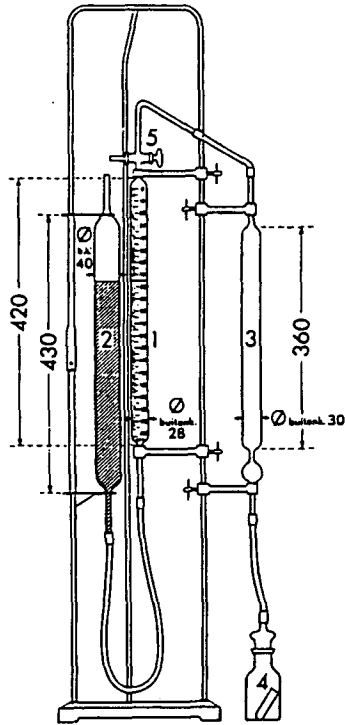
$m_c$  de massa van het calciumcarbonaat is, in g

$m$  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.

BNL-DIV-4

TOESTEL NAAR SCHEIBLER-DIETRICH VOOR  
BEPALING VAN CO<sub>2</sub>SCHAAL: 1/8  
(Maten in 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.

**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.

#### 4. Bereiding van het analysemonster

Verkruimel 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

Verkruimel 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 verkruimelde 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:

- 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.

-----

**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.

## 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).



- 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.
-

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.

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.

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.

## 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<sub>1d</sub> = 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

$$\frac{i}{20} \quad \text{en de factor 250 met } \frac{20}{i}$$

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.

**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 terugvloeiakoelers kunnen aangesloten worden

4.3. Porceleinen filterkroesjes, porositeit A2, inhoud 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)

-----



**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° C van deze oplossing bedraagt 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.

## 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.).

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).

### 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

**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.

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).



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).

## 7. Berekening

Bereken de watercapaciteit uitgedrukt in gram gedemineraliseerd water per 100 gram droge stof en afgerond op 10 g, met de volgende formule :

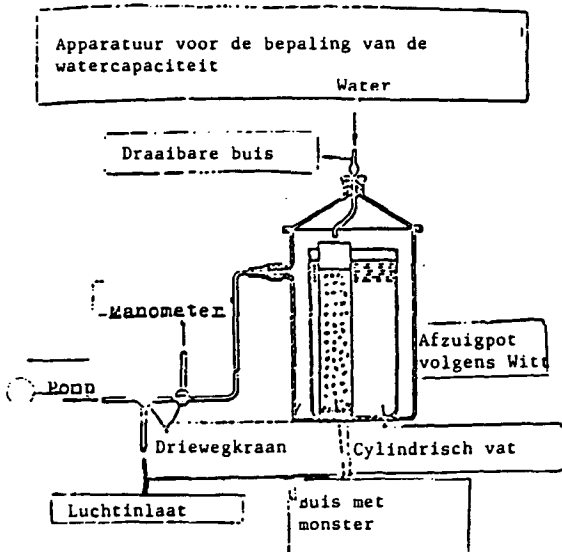
$$\text{watercapaciteit} = \frac{10^4 \cdot (p - n)}{(n - m) \cdot (100 - V)}$$

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.)



## 8.2. Schema van het apparaat voor het uitlekken (4.2.)

Apparatuur voor het uitlekken

