

## BESCHIKKING

van het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie  
betreffende de toepassing van Benelux-referentiemethoden van onderzoek  
inzake zout bestemd voor menselijke consumptie

M (76) 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 Aanbeveling van het Comité van Ministers van 29 januari 1968 inzake de harmonisatie der wetgevingen betreffende zout bestemd voor menselijke consumptie, M (68) 14,

Overwegende, dat geschillen, voortvloeiende uit het toepassen van verschillende analysemethoden of uit het gebruik van verschillende normen, dienen te worden vermeden,

Overwegende, dat het in het bijzonder voor de harmonisatie van het voedingsmiddelentoezicht vereist is, dat gelijke of gelijkwaardige methoden worden toegepast, dezelfde termen worden gebezigd en gelijke of gelijkwaardige normen worden aangelegd,

Heeft het volgende beslist :

### *Enig artikel*

1. De Regeringen van de drie Beneluxlanden nemen de nodige maatregelen opdat de bepalingen van het aan deze Beschikking gehechte Reglement, als enige referentiemethode op 1 september 1976 worden aanvaard.
2. Uiterlijk 6 maanden na afloop van de in het eerste lid genoemde termijn brengt ieder der drie Regeringen verslag uit aan het Comité van Ministers over de maatregelen die zijn getroffen ter uitvoering van onderhavige Beschikking. Bij dit verslag zal de tekst van de nationale uitvoeringsmaatregelen worden gevoegd.

GEDAAN te Brussel, op 26 januari 1976.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

G. THORN

**REFERENTIEMETHODE**  
**van onderzoek inzake zout**  
**M (76) 2, Bijlage I**

1. **Zoutgehalte**

*Reagentia*

Kaliumrhodanide 0,1 n

Nitrobenzeen

Salpeterzuur 4 n

IJzer III Ammoniumsulfaat : verzadigde oplossing

Zilvernitraat 0,1 n

- 1.1 Weeg ongeveer 0,6 g zout af tot 1 mg nauwkeurig en los op in een maatkolpje van 100 ml, vul aan en pipetteer 10 ml in een Erlenmeijer van 300 ml.

Voeg toe 5 ml salpeterzuur en 1 ml verzadigde ijzer-ammoniak-sulfaat oplossing.

Pipetteer 25 ml zilvernitraat in de Erlenmeijer en voeg toe 3 ml nitrobenzeen, schud krachtig tot het neerslag samenvalt. Titreer de overmaat zilvernitraat terug met kaliumrhodanide.

Bereken het zoutgehalte :

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(25 t_1 - V_1 t_2) 58,43}{M} \text{ waar}$$

$t_1$  = normaliteit  $\text{AgNO}_3$

$t_2$  = normaliteit KCNS

V = aantal ml verbruikt KCNS

M = hoeveelheid afgewogen monsters in grammen

2. **Vocht**

- 2.1. Weeg ongeveer 2 g zout tot op 1 mg nauwkeurig af in een voorgedroogd porseleinen schaalpje. Droog bij  $\pm 105^\circ\text{C}$  tot constant gewicht.

$$\text{VOCHTGEHALTE} = \frac{b \times 100}{a} \% \text{ waar}$$

a = afgewogen hoeveelheid zout in grammen

b = gewichtsverlies van het zout in grammen.

### 3. **Bepaling van kaliumhexacyanoferraat (II) in keuzenzout**

#### *Reagentia*

Kaliumhydroxyde 0,1 n

Zwavelzuur 4 n

Kleur-reagens: los 100 gram ijzer (II) ammoniumsulfaat p.a. en 10 gram ijzer (III) ammoniumsulfaat p.a. op in gedestilleerd water, waaraan 50 ml 4 n zwavelzuur is toegevoegd. Vul met gedestilleerd water aan tot 1000 ml. Bewaar de oplossing in een fles van donker glas.

Fosfaat-reagens: los 70 gram kaliumdiwaterstoffosfaat op in gedestilleerd water, waaraan 12,5 ml 4 n zwavelzuur is toegevoegd. Vul met gedestilleerd water aan tot 1000 ml.

Standaard kaliumhexacyanoferraat (II)-oplossing: los 11,47 gram kaliumhexacyanoferraat (II) p.a. op in 800 ml van CO<sub>2</sub> bevrijd water. Voeg toe 10 ml 0,1 n kaliumhydroxyde en vul met CO<sub>2</sub>-vrij water aan tot 1000 ml. Bewaar deze geconcentreerde standaard-oplossing in het donker.

Pipetteer 10 ml van de geconcentreerde standaard-oplossing in een maatkolf van 1 l. Voeg toe 10 ml 0,1 n kaliumhydroxyde en vul aan tot de maatstreep met gedestilleerd water. Deze oplossing moet vers bereid worden.

1 ml van de verdunde standaard-oplossing = 0,1 mg K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>.

- 3.1. Weeg 10 gram van het monster nauwkeurig af in een konische kolf van 100 ml met ingeslepen stop. Los op in 40 ml gedestilleerd water. Voeg toe 2 ml 0,1 n kaliumhydroxyde, sluit de kolf met de stop en schud. Voeg toe 1 ml 4 n zwavelzuur en 2 ml kleur-reagens, schud goed door en laat 2 minuten staan. Voeg dan toe 3 ml fosfaat-reagens en schud. Breng de oplossing over in een colorimeterglas van 50 ml.
- 3.2. Beoordeel na 5 minuten de kleur t.o.v. een standaard-serie, welke als volgt is bereid.
- 3.3. Voeg aan 10 gram natriumchloride p.a. toe respectievelijk 0,2 - 0,3 - 0,4 - 0,5 - 0,6 en 0,7 ml van de verdunde standaard-oplossing en ga verder te werk als boven voor het monster is beschreven. Bereid de standaard-serie steeds gelijktijdig met de bepaling van het monster.

### 4. **Onoplosbare bestanddelen**

- 4.1. Weeg ongeveer 10 g zout tot op 10 mg nauwkeurig af. Los op in ± 50 ml water en filtreer over een gedroogd en gewogen G4 filterkroes. Was de kroes met ± 35 ml water. Verenig filtraat en waswater in een maatkolf van 100 ml, vul aan tot 100 ml en meng. Deze oplossing wordt gebruikt voor de bepaling van het colloïdaal opgeloste SiO<sub>2</sub>.

4.2. Was de kroes verder na met water tot het waswater chloride vrij is. Droog de kroes en weeg.

4.3. Gehalte aan onoplosbare bestanddelen : 0

$$0 = \frac{b \times 100}{a} \% \text{ waar}$$

a = afgewogen hoeveelheid zout in grammen

b = onoplosbare bestanddelen op kroes in grammen.

## 5. Colloidaal opgelost silicaat

### *Reagentia*

Alle reagentia worden bereid met water dat zo weinig mogelijk silicaat bevat. Dit wordt bereid door zorgvuldig destilleren of demineraliseren. Bewaar het water en alle reagentia in flessen van polytheen.

— Molybdaat-oplossing : los 89 g ammoniummolybdaat  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  op in 800 ml water.

Voeg 62 ml zwavelzuur (d 1,84) voorzichtig en onder roeren toe aan ca. 50 ml water en koel af tot kamertemperatuur. Voeg dit verdunde zuur voorzichtig en onder roeren toe aan de eveneens koude molybdaat-oplossing, verdun tot 1 liter en meng.

— Wijnsteenzuuroplossing : los 25 g wijnsteen zuur op in 100 ml water.

— Reductie-oplossing : los 2,4 g natriumsulfiet ( $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) en 200 mg 1-amino-2-naphtol 4 sulfonzuur op in ongeveer 70 ml water. Voeg daarna 14 g kaliummetadisulfiet ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ) toe en verdun tot 100 ml.

Deze oplossing is één week houdbaar.

— Standaardoplossing (1 ml = 1,00 mg  $\text{SiO}_2$ ) : verhit 1,00 g fijn zuiver kwartspoeder in een platinakroes met 5 g water vrij natriumcarbonaat tot rood gloei hitte.

Koel af nadat de smelt helder is geworden. Neem op in water en verdun in een maatkolf tot 1 liter en meng.

Bereid hieruit door verdunnen een oplossing die 25 mg  $\text{SiO}_2$  per liter bevat.

Deze oplossing is niet houdbaar.

— Apparatuur : Een spectrofotometer, geschikt voor metingen bij 810 nm.

— Maatkolven van 100 ml van Pyrex of ander hard glas, dat geen hinderlijke hoeveelheid  $\text{SiO}_2$  afgeeft. Controleer dit, na ontvetting, door bepaling van de extinctie van een daarin uitgevoerde blanco bepaling.

- Pipetteer 50 ml van het volgens 4.1. verkregen filtraat in een maatkolf van 100 ml.
- 5.2. Voeg toe 2,5 ml molybdaat-oplossing en meng.
  - 5.3. Voeg na 10 minuten 2,5 ml wijnsteenzuur-oplossing toe en meng.
  - 5.4. Voeg na nog eens 5 minuten circa 25 ml water en 2 ml reductie-oplossing toe. Vul aan tot ijkstreep en meng.
  - 5.5. Bepaal na 30 minuten de gecorrigeerde extinctie  $E^1$ , door meten van deze oplossing tegen een blanco (50 ml gedestilleerd water te behandelen als het analysemonster), bij 810 nm.
  - 5.6. Stel een ijkgrafiek op door uit te gaan van een aantal oplossingen met bekend  $\text{SiO}_2$  gehalte: van een standaardoplossing welke 25 mg  $\text{SiO}_2$  per liter bevat pipetteert men achtereenvolgens 0,2, 0,5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 en 10 ml in kolfjes van 100 ml, vul aan met water tot 50 ml en behandel deze oplossingen zoals onder 5.2. 5.3. en 5.4.

## 6. **Koper en lood**

### *Reagentia*

Ga uit van reagentia van pro-analyse kwaliteit. Bereid alle reagentia met gedestilleerd water, dat als volgt is gezuiverd: destilleer in een geheel glazen toestel gedestilleerd water waaraan een weinig natriumhydroxyde en enkele kristallen kaliumpermanganaat zijn toegevoegd. Waak zorgvuldig tegen verontreinigingen met lood, koper en zink, door de reagentia te bewaren in glas dat deze metalen niet afgeeft aan de oplossing. Stel aan het voor de bepaling benodigde glaswerk dezelfde eis. Gebruik bij de titratie bij voorkeur een mikrozuigerburet met een inhoud van 5 ml, beschermd met zwart papier tegen direkt licht. Ook kan een gewone buret van 5 ml van bruin glas gebruikt worden.

### *Dithizonoplossing 0,1 %-ig (dz-oplossing)*

Los 100 mg dithizon ( $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{S}$ ) op in 100 ml chloroform en bewaar deze oplossing in een bruine fles bij ca. + 4°C.

### *Verdunde dithizonoplossing voor de bepaling van koper*

Verdun de dithizonoplossing ca. 1 : 10 met tetrachloorkoolstof. Stel de titer van deze oplossing zodanig dat 1 ml ervan overeenkomt met 10  $\mu\text{g}$  koper (6.1.1.). Gebruik hiervoor de standaard koperoplossing. Deze oplossing moet dagelijks vers bereid en gesteld worden.

### *Verdunde dithizonoplossing voor de bepaling van lood*

Verdun de dithizonoplossing met chloroform ca. 1 : 50. Stel de titer van deze oplossing zodanig dat 1 ml ervan overeenkomt met 50  $\mu\text{g}$  lood (6.2.1.). Deze oplossing moet dagelijks vers bereid en gesteld worden.

*Standaard koperoplossing : 1 ml = 10 µg koper*

Los 100 mg elektrolytisch koper in 5 ml salpeterzuur 4 m in een maatkolffje van 100 ml en vul aan tot 100 ml met gedest. water (1 ml = 1.000 µg koper).

Deze oplossing is ook te bereiden door 398 mg kopersulfaat (CuSO<sub>4</sub>,5 aq) op te lossen in gedest water in een maatkolffje van 100 ml, 5 ml salpeterzuur 4 m toe te voegen en aan te vullen met gedest. water tot 100 ml.

Pipetteer 10 ml van deze koperoplossing in een maatkolf van 1 liter, voeg 5 ml salpeterzuur 4 m toe en vul aan met gedest. water tot de streep.

*Natriumcitraatoplossing 300 g/l. (\*)*

*Zoutzure hydroxylamine-oplossing 200 g/l (\*)*

*Kaliumcyanide-oplossing 10 g/100 ml*

Wekelijks vers te bereiden.

*Salpeterzuur 4 m*

Vul 269,7 ml geconcentreerd salpeterzuur (66,5 %, d<sub>20</sub> = 1,405) aan tot 1 liter met gedestilleerd water.

*Salpeterzuur 1 m*

Verdun 4 m salpeterzuur met gedest. water 1 : 3.

*Ammonia 25 % (d = 0,91)*

*Ammonia ca. 3 m*

Verdun ammonia 25 % met gedest. water 1 : 4.

*Kaliumwaterstofftalaatbuffer pH = 2,2*

Los 20,4 gram kaliumwaterstofftalaat (KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) in een maatkolf van 1 liter op in gedest. water en vul aan tot de streep. Meng. Meng 50 ml van de aldus verkregen oplossing met 46,7 ml zoutzuur 0,1 n en controleer of de zo verkregen bufferoplossing een pH van 2,2 heeft.

*Chloroform*

*Tetrachloorkoolstof*

## 6.1. **Koper**

- 6.1.1. Bepaal de titer van de verdunde dithizonoplossing voor de koperbepaling door 2 ml van de standaard koperoplossing (1 ml = 10 µg) af te pipetteren in een scheidrecther van 100 ml waarin ca. 50 ml water is afgemeten.

(\*) Weeg 300 gram natriumcitraat resp. 200 gram zoutzure hydroxylamine af en los op in 750 ml gedestilleerd water. Breng de pH van deze oplossingen m.b.v. natronloog 4 N op 8,0 - 8,5. Schud uit gedurende enige minuten met 10 ml 0,01 %-ige dz-oplossing in chloroform. Laat de groene dz-oplossing af en was met chloroform tot kleurloos. Neutraliseer de gebruikte hoeveelheid natronloog met een equivalente hoeveelheid zoutzuur. Vul met water aan tot 1000 ml.

- 6.1.2. Voeg toe 1 ml zoutzure hydroxylamine-oplossing, salpeterzuur 1 m tot pH = 2,2 (controleer met pH-papier) en 5 ml kaliumwaterstoffalaatbuffer (pH 2,2).
- 6.1.3. Voeg uit een buret 1 ml verdunde dz-oplossing in tetrachloorkoolstof toe en schud gedurende 3 minuten. Laat de paarse tetralaag af en was de waterlaag met enkele ml tetrachloorkoolstof. Herhaal deze bewerking met kleinere hoeveelheden verdunde dz-oplossing tot het eindpunt bereikt is. Dit blijkt daaruit dat een volgende toevoeging van dz-oplossing groen blijft. Was na iedere dz-toevoeging de waterlaag met enige ml tetrachloorkoolstof. Noteer het aantal milliliters verbruikte dz-oplossing en bereken het aantal microgrammen koper dat overeenkomt met 1 ml dz-oplossing. Verdun deze oplossing zonodig totdat 1 ml overeenkomt met 10 µg koper.
- 6.1.4. Weeg ongeveer 10 g zout tot 10 mg nauwkeurig af en breng dit met ca. 50 ml water over in een scheidrecther van 100 ml. Niet filtreren, zelfs indien de oplossing troebel is.
- 6.1.5. Voeg toe 1 ml zoutzure hydroxylamine-oplossing en breng de pH op 0,5 met 4 m salpeterzuur (controleer met pH-papier).
- 6.1.6. Voeg uit een buret 0,3 ml verdunde dz-oplossing in chloroform toe en schud gedurende 3 minuten om eventueel aanwezig kwik te verwijderen. Blijft de dz-oplossing groen, dan is geen of zeer weinig kwik aanwezig. Laat de dz-laag af, was met enkele ml chloroform en vervolg vlg. 6.1.8.
- 6.1.7. Wordt de chloroformlaag oranje (kwikdithizonaat is oranje), laat deze dan af. Herhaal deze bewerking met telkens 0,3 ml dz-oplossing tot de kleur groen blijft. Was na iedere dz-extractie de waterlaag met enkele ml. chloroform.
- 6.1.8. Breng met ammonia 25 % de waterlaag op pH = 2,2, (controleer met pH-papier) en voeg toe 5 ml kaliumwaterstoffalaatbuffer (pH 2,2).
- 6.1.9. Voeg uit een buret 0,5 ml verdunde dz-oplossing in tetrachloorkoolstof toe en schud gedurende 3 minuten. Blijft de dz groen dan bevat het zout minder dan 0,5 mg koper/kg.
- 6.1.10. Laat als de tetralaag paars wordt, deze laag wegvloeiën. Was de waterlaag met enkele ml tetrachloorkoolstof en laat deze dan af. Titreer verder met telkenmale 0,2 ml dz-oplossing tot het eindpunt is bereikt. Dit blijkt daaruit dat een volgende 0,2 ml dz-oplossing na 3 minuten schudden groen blijft. Was na iedere dz-toevoeging de waterlaag met enkele ml tetrachloorkoolstof.

- 6.1.11. Noteer het aantal millimeters verbruikte dz-oplossing en bereken het kopergehalte m.b.v. de volgende formule :

$$\text{kopergehalte} = \frac{a \times 10}{m} \text{ mg/kg.}$$

waarin

a = hoeveelheid dz-oplossing in ml

m = aantal grammen zout in bewerking bij de bepaling.

## 6.2. Lood

- 6.2.1. Bepaal de titer van de verdunde dz-oplossing voor de loodbepaling door 1 ml van de standaard loodoplossing (1 ml = 10 µg lood) af te pipetteren in een scheidrecter van 100 ml, waarin ca. 50 ml water is afgemeten.

- 6.2.2. Voeg toe 1 ml natriumcitraatoplossing en 1 ml zoutzure hydroxylamine-oplossing. Meng goed.

- 6.2.3. Breng met ammonia 3 m de pH op 8,5 (controleer met pH-papier). Voeg dan 1 ml kaliumcyanide-oplossing toe.

- 6.2.4. Voeg uit een buret 1 ml verdunde dz-oplossing in chloroform toe en schud 3 minuten. Laat de rode chloroformlaag af en was met enkele ml chloroform. Zet de titratie voort met telkenmale toevoeging van kleine hoeveelheden (0,2 tot 0,3 ml) verdunde dz-oplossing tot het eindpunt bereikt is. Dit blijkt daaruit dat een volgende 0,2 ml dz-oplossing na 3 minuten schudden groen blijft. Was na iedere dz-toevoeging de waterlaag met enkele ml chloroform.

Noteer het aantal millimeters verbruikte dz-oplossing en bereken het aantal mikrogrammen lood dat overeenkomt met 1 ml dz-oplossing.

Verdun deze oplossing zo nodig totdat 1 ml overeenkomt met 5 µg lood.

- 6.2.5. Weeg ongeveer 10 g tot 10 mg nauwkeurig af en breng dit met ca. 50 ml water over in een scheidrecter van 100 ml. Niet filtreren, zelfs indien de oplossing troebel is.

- 6.2.6. Voeg toe 1 ml natriumcitraatoplossing en 1 ml zoutzure hydroxylamine-oplossing. Meng goed.

- 6.2.7. Breng met ammonia 3 m de pH op 8,5 (controleer met pH-papier). Voeg dan 1 ml kaliumcyanide-oplossing toe.

- 6.2.8. Voeg enige druppels chloroform toe en schud.



6.2.9. Voeg uit een buret 0,2 ml verdunde dz-oplossing in chloroform toe en schud 3 minuten. Blijft de kleur van het dz-oplossing groen dan bevat het monster minder dan 0,1 mg lood/kg.

6.2.10. Laat als de chloroformlaag rood wordt, deze laag wegvloeien. Was de waterlaag met enkele ml chloroform en laat deze dan af. Titreer verder met telkenmale 0,2 ml dz-oplossing tot het eindpunt is bereikt. Dit blijkt daaruit dat een volgende 0,2 ml dz-oplossing na 3 minuten schudden groen blijft. Was na iedere dz-toevoeging de waterlaag met enige ml chloroform.

6.2.11. Noteer het aantal millimeters verbruikte dz-oplossing en bereken het loodgehalte m.b.v. de volgende formule :

$$\text{loodgehalte} = \frac{b \times 5}{m} \text{ mg/kg.}$$

waarin

b = hoeveelheid dz-oplossing in ml.

m = aantal grammen zout in bewerking bij de bepaling.

## 7. Arseen

### 7.1. *Monster voorbereiding*

7.1.1. Weeg 10 gram keukenzout of nitriet-pekelsout af in een konisch kolfje van 100 ml (figuur 1, bijlage II).

7.1.2. Los op in 40 ml bidest. en voeg aan de *nitriet-pekelsoutoplossing* 200 mg ureum p.a. toe.

#### *Opmerking*

De onder 3 en 5 beschreven bewerkingen gelden uitsluitend voor nitriet-pekelsout.

7.1.3. Breng de nitriet-pekelsoutoplossing juist aan de kook en koel af tot kamertemperatuur.

7.1.4. Voeg, zowel aan de nitriet-pekelsoutoplossing als aan de keukenzoutoplossing, onder zwenken een tot kamertemperatuur afgekoeld mengsel van 10 ml dubbel gedestilleerd water en 10 ml zwavelzuur 98 % (d = 1,84) p.a. toe.

7.1.5. Kook de *nitriet-pekelsoutoplossing* tot geen gas meer ontwijkt en koel af tot kamertemperatuur.

7.1.6. Voer voor beide oplossingen de onder 7.2. beschreven arseenbepaling uit.

### 7.2. *Meting van het arseengehalte*

7.2.1. *Principe*

In de oplossing van de waar (zie sectie 7.1.1.) wordt arseen met kalium-jodide en tin (II)-chloride tot driewaardig arseen gereduceerd. Vervolgens wordt zink toegevoegd waardoor waterstof ontstaat die arseen tot gasvorming arseen-waterstof reduceert. De ontstane arseen-waterstof wordt door een oplossing van zilverdiethyldithiocarbamaat in pyridine geleid, die hierdoor afhankelijk van de arseenconcentratie in het destuaat van licht- tot donkerrood kleurt.

De extinctie van de pyridine-oplossing wordt gemeten bij een golflengte van 526 nm.

7.2.2. *Algemeen*

Het in dit voorschrift beschreven glaswerk moet gedurende 24 uur in een bak met 4 N salpeterzuur zijn behandeld en wordt vlak voor het gebruik tweemaal met gedestilleerd water voorgespoeld en met bidest. nagespoeld. Maatglaswerk moet in aansluiting hierop worden gedroogd. De chemicaliën moeten een zo laag mogelijk arseengehalte hebben en zijn bij voorkeur van p.a. kwaliteit.

Het gebruikte water moet, tenzij anders vermeld, van de kwaliteit dubbel gedestilleerd zijn.

7.2.3. *Apparatuur en hulpmiddelen*

7.2.3.1. Apparaatje voor de bepaling van arseen (figuur I, bijlage II), als volgt samengesteld :

- 100 ml reactie-vaatje A
- opzetje B
- absorptie-vaatje C

7.2.3.2. Waterbad, gethermostatiseerd op 55 °C.

7.2.3.3. Waterbad, gethermostatiseerd op 15 °C.

7.2.3.4. Aluminiumfolie

7.2.3.5. Spectrofotometer met continu instelbare golflengte.

7.2.4. *Reagentia*

7.2.4.1. Zoutzuur 36 % (d = 1,18) p.a.

7.2.4.2. Zwavelzuur 98 % (d = 1,84) p.a.

7.2.4.3. Arsentrioxiede (As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) p.a.

7.2.4.4. Zilverdiethyldithiocarbamaat (AgS.CS.N(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>) p.a. kwaliteit FLU-KA (\*).

7.2.4.5. Tin (II)-chloride p.a., SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O.

(\*) Het vermelden van specifieke handels- of merknamen vormt geen aanbeveling, doch dient slechts als identificatie.

- 7.2.4.6. Kaliumjodide p.a.
- 7.2.4.7. Pyridine ( $d = \pm 0,980$ ) p.a.
- 7.2.4.8. Zink p.a.; gegranuleerd, 10 mesh max. 0,000005 % Arseen, kwaliteit J.T. Baker (\*).
- 7.2.4.9. Natriumhydroxyde p.a.
- 7.2.4.10. Natriumhydroxyde-oplossing. Los 350 gram natriumhydroxyde p.a. op in dubbel gedestilleerd water, vul aan tot 1000 ml en meng.
- 7.2.4.11. Kaliumjodide-oplossing 15 % (m/v). Los 15 gram kaliumjodide (2.4.6.) op in dubbel gedestilleerd water, vul in een maatkolfje van 100 ml tot de merkstreep aan en meng. Bewaar de oplossing op een donkere plaats.
- 7.2.4.12. Tin (II)-chloride-oplossing. Los 40 gram  $\text{SnCl}_2$  (2.4.5.) op in een mengsel van 25 ml dubbel gedestilleerd water en 75 ml zoutzuur (2.4.1.). Indien na verloop van tijd een neerslag ontstaat of de oplossing troebel wordt, moet een verse oplossing worden gemaakt.
- 7.2.4.13. Zilverdiethyldithiocarbamaat-oplossing 0,5 % (m/v). Los 0,5 gram zilverdiethyldithiocarbamaat (2.4.4.) op in 100 ml pyridine (2.4.7.).
- Bewaar de oplossing in een goed gesloten fles op een donkere en koele plaats. De oplossing is ongeveer een maand houdbaar.
- 7.2.4.14. Arseen-standaardoplossingen.
- 7.2.4.14.1. Standaardoplossing : 100  $\mu\text{g}$  As/ml.  
Los 0,1320 gram tot constant gewicht gedroogd arseentrioxyde (2.4.3.) op in 20 ml natriumhydroxyde-oplossing (2.4.10.).  
Breng de oplossing met 100 ml dubbel gedestilleerd water kwantitatief over in een maatkolf van 1000 ml, voeg onder zwenken voorzichtig 10 ml zwavelzuur (2.4.2.) toe, vul met dubbel gedestilleerd water aan tot de merkstreep en meng.
- 7.2.4.14.2. Verdunde standaardoplossing : 1  $\mu\text{g}$  As/ml.  
Pipetteer vlak voor het gebruik 10 ml van de standaardoplossing (2.14.4.1.) in een 1000 ml maatkolf, vul met dubbel gedestilleerd water tot de merkstreep aan en meng.
- 7.2.4.15. Loodacetaatwatten.  
Los 50 gram loodacetaat —  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  — op in 250 ml gedestilleerd water. Drenk enkele proppen watten in deze oplossing, verwijder het overtollige water en droog de watten in een exsiccator onder vacuüm. Gebruik als droogmiddel difosforpentoxyde ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ).

(\*) Het vermelden van specifieke handels- of merknamen vormt geen aanbeveling, doch dient slechts als identificatie.

7.2.5. *Werkwijze*

- 7.2.5.1. Voeg aan de onder VII.1. verkregen meetoplossing toe 2 ml kaliumjodideoplossing (2.4.11), meng, breng 2 ml tin (II)-chlorideoplossing (2.4.12.) in het kolfje en meng nogmaals.
- 7.2.5.2. Sluit het konische kolfje losjes af met het bijhorende stopje en plaats het geheel gedurende 15 minuten in een op 55 °C gethermostatiseerd waterbad.
- 7.2.5.3. Neem het kolfje uit het bad en koel in een tweede gethermostatiseerd bad af tot 15 °C.
- 7.2.5.4. Pipetteer 5 ml zilverdiethyldithiocarbamaat-oplossing in het absorptievaatje (C) van figuur (zie bijlage II), omwikkel het vaatje met aluminiumfolie en breng in het opzetje B ter hoogte van de verwijding een propje loodacetaatwatten.
- 7.2.5.5. Breng een laagje siliconen vet aan op de slijpstukjes van het opzetje en koppel opzetje en absorptievaatje met een passende klem.
- 7.2.5.6. Breng 5 gram zink (2.4.8.) in het kolfje en plaats onmiddellijk opzetje en absorptie-vaatje op het kolfje. Voorzie het slijpstukje van een passende klem en plaats het geheel gedurende 1 uur in een op 15 °C gethermostatiseerd waterbad.

*Opmerking*

Bij de reactie tussen zink en zwavelzuur ontstaan grote hoeveelheden waterstof. Met het oog op het hieraan verbonden explosiegevaar dient de meting plaats te vinden in een goed geventileerde zuurkast.

- 7.2.5.7. Ontkoppel opzetje en absorptievaatje, meng de absorptievloeistof zorgvuldig en breng de licht- tot donkerrood gekleurde pyridineoplossing over in een cuvet met een optische weglengte van 1 cm.
- 7.2.5.8. Meet de optische dichtheid (extinctie) van de oplossing ten opzichte van de zilverdiethyldithiocarbamaat-oplossing (2.4.13.) als referentie. Golflengte 526 nm.
- 7.2.5.9. Lees de bij de gemeten extinctie horende hoeveelheid arseen in  $\mu\text{g}$  af met behulp van een ijkcurve (7.2.6.) en bereken het arseengehalte van het monster in ppm met :

$$\frac{a}{p} = \text{arseengehalte in ppm}$$

waarin

a = de afgelezen hoeveelheid arseen in  $\mu\text{g}$

p = de afgewogen hoeveelheid waar in gram.

7.2.6. *Ijckurve*

7.2.6.1. Pipetteer in een vijftal kolfjes van 100 ml (A, zie bijlage II) achtereenvolgens 3, 5, 8, 10 en 15 ml van de vers bereide verdunde standaardoplossing (2.4.14.2.). Voeg onder koelen een op kamertemperatuur gebracht mengsel van 30 ml dubbel gedestilleerd water en 10 ml zwavelzuur (2.4.2.) toe en breng het totaal volume met dubbel gedestilleerd water op 60 ml.

7.2.6.2. Voer de bewerkingen uit als beschreven onder (2.5.1.) t/m (2.5.8.) en zet de gevonden extincties op millimeterpapier uit als functie de hoeveelheid arseen in  $\mu\text{g}$ . De meetpunten moeten op de rechte lijn, die door de oorsprong gaat, liggen.

*Opmerking*

Telkens wanneer een verse zilverdiethyldithiocarbamaat-oplossing wordt gemaakt, moet de ijckurve worden gecontroleerd.

8. **Nitriet** : in nitriet-pekeltout.

*Reagentia*

— Gedestilleerd water, vrij van nitriet- en nitraationen.

— Natriumnitrietoplossing

Los 500 mg natriumnitriet in gedestilleerd water op en verdun tot 1.000 ml. Verdun 10 ml van deze stamoplossing tot 500 ml in een maatkolf.

1 ml oplossing = 10  $\mu\text{g}$  natriumnitriet.

— Sulfanilamide-zoutzuuroplossing 0,2 %

Los 2,0 g sulfanilamide op in 800 ml gedestilleerd water. Verwarm zo nodig. Koel af en voeg 100 ml geconcentreerd zoutzuur, onder roeren toe. Vul aan tot 1.000 ml.

— Zoutzuuroplossing 5 n

Verdun 445 ml geconcentreerd zoutzuur tot 1.000 ml met gedestilleerd water.

— N-1-naftylethyleendiamine dihydrochloride-reagens

Los 100 mg N-1-naftylethyleendiamine dihydrochloride op in gedestilleerd water en vul aan tot 100 ml. Maak elke dag een nieuwe oplossing.

8.1. Weeg 50 gram zout nauwkeurig tot 0,1 gram af en los op in gedestilleerd water en vul aan tot 500 ml.

8.2. Pipetteer van deze oplossing 10 ml in een maatkolf van 500 ml en vul aan tot de maatstreep.

8.3. Pipetteer een aliquot gedeelte (bijv. 5 ml) van onder 8.2. verkregen oplossing in een maatkolf van 100 ml. Voeg gedestilleerd water toe totdat het totaal volume ongeveer 60 ml bedraagt. Voeg na mengen 10 ml sulfanilamide-zoutzuur oplossing met een volpipet gevolgd door 6 ml zoutzuuroplossing 5 n eveneens met een volpipet toe. Meng en laat gedurende 5 minuten het mengsel staan.

- 8.4. Voeg met behulp van een volpipet 2 ml van het N-1-naftylethyleen-diamine dihydrochloride-reagens toe, meng goed en laat het mengsel 3 minuten staan. Verdun tot 100 ml, meng en meet de optische dichtheid van de oplossing bij 538 nm tegen een analoog gemaakte reagentia blanco in een 1 cm cuvet. Het gemeten verschil in optische dichtheid tussen het gedestilleerd water en de reagentia blanco mag niet meer dan 0,004 E bedragen.
- 8.5. Maak een ijklijn door de verschillen in absorptie te meten tussen oplossingen met bekende concentraties aan natriumnitriet en de blanco.  
Pipetteer daartoe in een serie maatkolven van 100 ml respectievelijk 0,0 - 2,0 - 4,0 - 6,0 - 8,0 - 10,0 ml van de standaard natriumnitriet-oplossing (1 ml = 10 µg). Voeg zoveel water toe aan elke maatkolf totdat het totaal volume ongeveer 60 ml bedraagt. Meng en ontwikkel de kleur als beschreven onder 8.3. en 8.4.
- 8.6. Bereken het natriumnitrietgehalte in grammen per 100 gram waar. Bepaal daartoe met behulp van de ijklijn het aantal microgrammen natriumnitriet in 100 ml kleuroplossing.

Het percentage natriumnitriet in de waar bedraagt dan

$$\frac{0,05}{a} \times p$$

waarin

a = het aantal millimeters zoutoplossing gebruikt voor de kleuroplossing (8.3.).

p = het aantal µg natriumnitriet aanwezig in 100 ml kleuroplossing.

