

BESCHIKKING

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

M (78) 10

Het Comité van Ministers van de Benelux Economische Unie,

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

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

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

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

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

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

Heeft het volgende beslist :

Artikel 1

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

Artikel 2

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

GEDAAN te Brussel, op 14 november 1978.

De Voorzitter van het Comité van Ministers,

H. SIMONET

Nota

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

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

INHOUDSOPGAVE

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

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

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

REGLEMENT

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

o o o

REGLEMENT

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

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

1. Doel

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

2. Beginsel

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

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

3. Apparatuur

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

4. Keuze van de uit te voeren behandeling

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

4.1. Eindmonster, die niet mogen worden fijngemaakt.

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

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

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

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

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

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

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

5. Uitvoering

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

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

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

6. Bijzondere gevallen

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

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

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

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

c) Produkten die door warmte kunnen ontleden

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

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

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

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

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

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

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

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

Referentie Richtlijn
E.E.G.

Stikstof

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

Fosfor

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

Kalium

- Bepaling van kalium oplosbaar in water EEC 4.1

Magnesium

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

Chloor

- Bepaling van chloor van chloriden EEC 6.1

Fijnheid

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

HOOFDSTUK III : BEPALING VAN STIKSTOF, FOSFOR, ZALIJUM, MAGNESIJUM, CHLOOR BIJ AANWEZIGHEID VAN ORGANISCHE STOF

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

1. Principe

De aanwezige organische stikstof wordt omgevormd tot ammoniumstikstof (principe van Kjeldahl). De ammoniumstikstof wordt door middel van natronloog uitgedreven, overgedestilleerd en in een bekende, meer dan voldoende hoeveelheid gesteld zwavelzuur opgevangen. De overmaat zuur wordt teruggetitreerd met loog van bepaalde normaliteit.

2. Toepassingsgebied

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

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

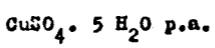
Apparatuur als beschreven bij methode E.R.G. 2.3.1.

5. Reagentia

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

(2) Kaliumsulfaat p.a.

(3) Koperoxide of kopersulfaat



(4) Kwik of kwikoxide p.a.

- (5) Het zoutzuur gewonnen en ge-
gloeide stukjes puimsteen.
- (6) Zinkkorrels p.a.
- (7) Natronloog 30 % (d=1,33).
- (8) Zwavelzuur 0,1 n gesteld.
- (9) Zwavelzuur 0,5 n gesteld.
- (10) Natronloog 0,1 n gesteld, vrij
van carbonaten.
- (11) Natronloog 0,25 n gesteld, vrij
van carbonaten.
- (12) Versadigde natriumsulfide-oplossing
of kaliumsulfide-oplossing (40 g/l)
of natriumthiosulfaatoplossing
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (80 g/l).

(13) Indicator oplossing

I. Mengindicator

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

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

II. Methylroodindicator

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

6. Microscopie

a. Destructie

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

b. Destillatie van ammoniak

Laat vervolgens de kolf met inhoud afkoelen. Voeg dan voorzichtig ongeveer 500 ml gedestilleerd water toe. Wacht daarna tot de sulfaten opgelost zijn. Laat afkoelen. Voeg enkele zinkkorrels of enkele stukjes puinsteen toe. Verbind, indien een trechter met afsluitkraan gebruikt wordt, de destillatiekolf met de koeler. Het uiteinde van de koeler (indien nodig met een passend verlengstuk) dient gedurende het eerste kwartier tenminste 1 cm in het voorgelegde zwavelzuur waarvan de indicator (reagens 13) is toegevoegd, ondergedompeld te zijn (zie c). Voeg voorzichtig aan de afgekoelde zure oplossing voldoende natriumhydroxyde (reagens 7) toe om de vloeistof sterk alkalisch te maken ; in het algemeen is 120 ml voldoende (met enkele druppels fenolftaleïne kan men een controle toepassen ; de vloeistof in de kolf dient ook na beëindiging van de destillatie duidelijk alkalisch te zijn).

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

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

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

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

c. Titratie van de overmaat zuur

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

7. Controles

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

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

1. Principe

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

Methode A

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

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 normaliteit.

Methode C

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

2. Toepassingsgebied

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

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

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

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

Methode A, B en C.

Roteerapparaat met 35-40 omwentelingen per minuut.

Methode A.

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

Microburet

Micropipetten van 1 ml.

Methode B.

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

Methode C.

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

- kolf van 500 ml met ronde bodem en voorzien van slijpstuk (1), geplaatst in een waterbad (2);
- Liebhofkoeler met betrekkelijk lange afvoerbuis (3);
- afzuigfles van 500 ml (4);
- manometer voor verminderde druk (5);

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

Buret met onderverdelingen van 0,05 ml.

5. Reagentia

Methode A

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

Methode B

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

(7) Indicatoroplossing (7)

I. Benzindicator.

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

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

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

II. Methylroodindicator.

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

(8) Antischuimmiddel (8)

Kethode C

(1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water, vrij van kooldioxyde en van elke stikstofverbinding (ammonia, nitraten, nitricen, enz.). (1)

(2) Poedervormig magnesiumoxyde p.a. (2)

(3) Gesteld zwavelzuur (0,1 n : 0,25 n; 0,5 n). (3)

(4) Gestelde natriumhydroxideoplossing (0,1 n ; 0,25 n). (4)

(5) Trichloorazijnzuuroplossing 20 %. (5)

(6) Ammoniumsulfaat p.a. (6)

(7) Ureum p.a. (7)

(8) Antischuimmiddel (8)

(9) Methylroodindicator : (9)

één g methylrood oplossen in 37 ml natriumhydroxideoplossing 0,1 n en met water aanvullen tot één liter

(10) Vacuümvet

5. Uitvoering

a. Extractie : methode A, B en C

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

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

b. Bepaling van ammoniumstikstof.

Methode A.

Breng in de binnenring van de schaal volgens Conway ongeveer 1 ml boorzauroplossing (reagens 3). Plaats met de micropipet in de buitenring 1 ml van het helder filtraat. Nadat de randen voldoende zijn ingevet, de schaal nagenoeg geheel sluiten waarbij een opening gelaten wordt tegenover de plaats waar het filtraat werd toegevoegd. Breng vervolgens langs die opening in de buitenring 1 ml verzadigde kaliumcarbonaat oplossing (reagens 4) en sluit de schaal onmiddellijk geheel.

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

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

Methode B

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

1 ml zwavelzuur 0,1 n is equivalent met 1,4 g ammoniumstikstof.

Methode C.

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

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

Bring in de destillatiekolf enkele druppels antischuimmiddel (reagens 8) en 2 g magnesiumoxide (reagens 2); de oplossing dient alkalisch te reageren met lakmoespapier.

Verbind onmiddellijk de kolf met ingeslepen hals met het destilleerapparaat (met gebruik van vacuümvet (reagens 10)). Plaats de kolf in een waterbad dat vooraf verwarmd werd tot 40 - 42° Celsius, welke temperatuur tijdens de stoomdestillatie gehandhaafd blijft.

Verbind de stoombron die vooraf op 40° Celsius is gebracht met het destilleertoestel en stel de waterstraalpompe in werking.

Destilleer gedurende 1 uur onder zodanig verminderde druk dat de destillatietemperatuur ligt tussen 37 en 40 graden.

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

H.B. Draag gedurende de stoomdestillatie onder verminderde druk een veiligheidsbril.

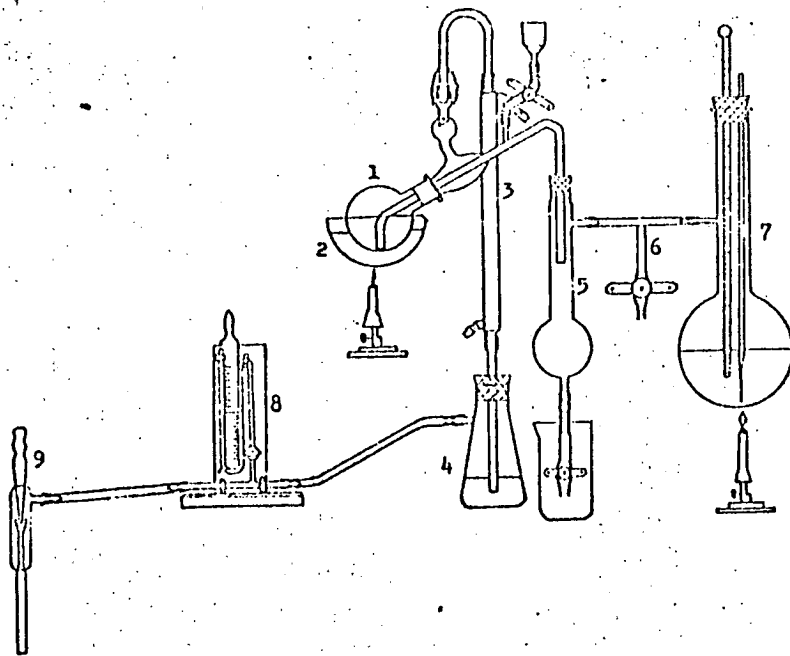
7. Controls

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

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

8. Uitdrukking van het resultaat

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

**LEGENDE**

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

FIGURE

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

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

**Methoda III-N-3 : Bepaling van
nitraatstikstof in aanwezigheid
van organische stof**

1. Principe

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

2. Toepassingsgebied.

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

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

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

5. Reagentia

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

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

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

(4) Natriumhydroxideoplossing : 0,2 n.

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

6. Uitvoering

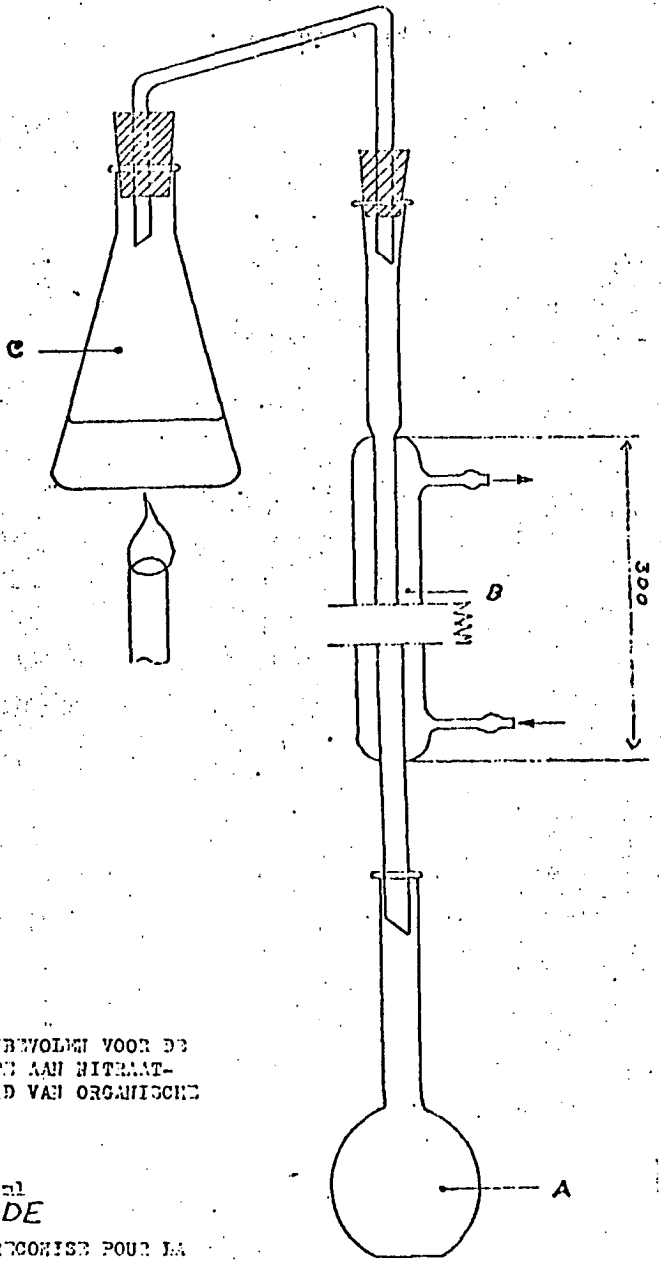
Neem 5 g analysemonster, op 1 mg nauwkeurig afgewogen, in een maatkolf van 500 ml. Voeg 25 ml trichloorazijnzuur 10 % (reagens 5) toe, zwenk om en wacht tot een eventuele kooldioxydeontwikkeling bijna beëindigd is; voeg daarna 350 ml water (reagens 1) toe. Laat in een roteermolen gedurende een half uur roteren. Vul aan met water (reagens 1) tot 500 ml, meng en filtreer. Verdun, zo nodig tot een passende concentratie, d.w.z. maximaal 0,035 mg nitraatstikstof per ml indien uiteindelijk in een 1 cm cuvet gemeten wordt. Pipeteer van de aldus verkregen oplossing 10 ml af in een konische kolf van 500 ml (zie apparatuur), voeg 2 ml xylanolreagens (reagens 2) en 40 ml zwavelzuur (reagens 3) toe. Sluit de kolf af met een geschikte goed passende stop en zwenk om tot een goede menging verkregen is. Laat dan de kolf met inhoud ongeveer een half uur bij kamertemperatuur staan. Voeg 100 ml water (reagens 1) en enkele stukjes puinsteen toe en destilleer (zie apparatuur) het ontstane nitroxylol over, waarbij het destillaat opgevangen wordt in een maatkolfje van 100 ml, waarin 10 ml natriumhydroxideoplossing 0,2n (reagens 4) aanwezig is.

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

7. Opmerkingen

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

- 3) Reagens 2 kan ook bereid worden als 5 % oplossing in ijsazijn. Dit reagens kan snel bereid worden en is goed houdbaar (drie weken); echter dienen dan de volgende wijzigingen in het voorschrift te worden aangebracht.
- a) in plaats van 2 ml reagens 2 neemt men 1 ml reagens 2 en 1 ml water;
 - b) opgevangen wordt in 20 ml NaOH 0,5 n in plaats van 10 ml 0,2 n;
 - c) het destillaat dient vrij nauwkeurig 50 ml te bedragen; daartoe kan het destillaat het best worden opgevangen in een maatcylinder.



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

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

XYLENOLMETHODE

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

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

Methode PVI-H-4 : Bepaling van
stikstofgehalte bij aanwezigheid
van nitraten en organische stof

1. Principe

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

2. Toepassingsgebied

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

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

- Destillatiestoestel, als beschreven bij methode E.E.G. 2.1.
- Kjeldahlkolven van circa 700 ml
- Waterbad.
- Normale, goed gereinigde laboratoriumapparatuur.

5. Reagentia

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

- (2) Met waterstof gereduceerd ijzer,
in poedervorm.
- (3) Zwavelzuur 1 + 1 (gewichtshoe-
veelheden.
- (4) Glasparels
- (5) Watervrij natriumsulfaat p.a.
- (6) Kwik of kwikoxide p.a.
- (7) Zwavelzuur p.a. (d = 1,84).
- (8) Met zoutzuur gewassen en ge-
gloeide stukjes puimsteen.
- (9) Antischuimmiddel
- (10) Zink, gegraneleerd.
- (11) Natriumsulfide-houdende loog :
5 kg natriumhydroxyde met 100 .
A 150 g natriumsulfide
($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) in water oplossen
tot 10 liter.

(12) Indicatoroplossingen

I. Mengindicator

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

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

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

II. Methylroodindicator

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

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

(13) Zwavelzuur 0,1 n gesteld.

(14) Zwavelzuur 0,5 n. gesteld

(15) Natronloog 0,1 n, gesteld, vrij van carbonaten.

(16) Natronloog 0,25 n, gesteld, vrij van carbonaten.

(17) Acetanilide p.a.

6. Uitvoering

a. Destructie

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

b. Destillatie

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

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

c. Titratie van de overmaat zuur

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

7. Controles

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

8. Opmerkingen

- 1. Ter vermindering van overmatig "stoten", verdient het aanbeveling na het toevoegen van de loog en nadat de kolf op de vlak staat, om te zwenken nadat de neergerlagen ijzerverbindingen over de hele vloeistof verdeeld worden; dit omzwenken dient herhaald te worden, nadat (enkele minuten later) de ijzerverbindingen weer enigszins zijn bezonken.
- 2. Teneinde overmatig stoten te vermijden kan ook als volgt gewerkt worden : laat na het beëindigen van de destructie afkoelen en voeg 300 ml water toe. Verwarm zondig tot alle ammoniumzouten zijn opgelost. Breng vervolgens kwantitatief over in een maatkolf van 500 ml, koel af, vul aan tot het volume van 500 ml met water (reagens 1) en meng. Pipetteer 250 ml in een destillatiekolf.

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

Voeg voorzichtig 100 ml sulfidehoudende loog (reagens 11) toe en verbind de kolf onmiddellijk met het destillatieapparaat.

- 3

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

1. Principe

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

2. Toepassingsgebied

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

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

- Filtreerkroezen met poriëndiameter van 5 tot 15 μ .
- Elektrische droogstoof met regelbare temperatuur bij 130° C.
- Roteertoestel : 35 à 40 omwentelingen per minuut.
- Waterstraalpomp met afzuigpot.
- Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

5. Reagentia

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

- (2) Ijsazuur p.a. (ijsazijn).
- (3) Kanthydrooplossing : 5 % oplossing van kanthyrol p.a. in ethanol of methanol. De oplossing blijft drie maanden goed indien ze bewaard wordt bij lage temperatuur, afgesloten van licht en lucht.
- (4) Ethanol 96°
- (5) Carrez I : oplossing 25,8 g zinkacetaat ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) en 3 g ijsazijn in water oplossen en in een maatkolffje aanvullen tot 100 ml.
- (6) Carrez II : oplossing 10,6 g kaliumhexacyanoferraat (II) ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$) in water oplossen en in een maatkolffje aanvullen tot 100 ml.
- (7) Aktieve kool p.a. die geen ureum absorbeert.
- (8) Ureum p.a.

6. Analyse-uitvoering

a. Bereiding van de oplossing bestemd voor de analyse.

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

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

b. Analyse

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

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

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

Laten afkoelen in een exsiccator en vervolgens snel wegen.

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

m = gewicht van het neerslag in grammen

v = afgemeten volume analyseoplossing in milliliter.

7. Controle

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

b. Om de nauwkeurige uitvoering na te gaan een analyse uitvoeren met een aliquot deel van een vers bereide oplossing ureum p.a. (reagens 8) bevattende hoogstens 9 mg ureum.

8. Uitdrukking van het resultaat.

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

9. Opmerkingen

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

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

1. Principe

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

2. Toepassinggebied

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

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Reagentia

Gedestilleerd of gedemineraliseerd water vrij van elke stikstofverbinding.

4.1. Zoutzuur, verdund 1 + 1

4.2. Verzadigde bariumhydroxyde-oplossing

4.3. Natriumcarbonaatoplossing, 100 g $\text{Na}_2\text{CO}_3/1$

4.4. Zoutzuuroplossing, 2 N

4.5. Natrium- of kaliumhydroxyde-oplossing 0,1 N, gesteld

4.6. Zoutzuuroplossing, 0,1 N, gesteld

4.7. Urease-oplossing : 0,5 mg actieve urease suspenderen in 100 ml gedestilleerd water. Met een zoutzuuroplossing 0,1 N (4.6), met behulp van een pH-meter (5.3) op pH 5,4 brengen

4.8. Mengindicator :

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

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

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

5. Apparatuur

5.1. Roteermolen, 35 tot 40 omwentelingen per minuut

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

5.3. pH-meter

6. Uitvoering

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

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

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

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

Opmerkingen

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

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

7. Blancoproef

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

8. Uitdrukking van het resultaat

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

waarin :

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

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

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

9. Verificatie van de resultaten

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

Methode PNI-N-7 : Bepaling van de in pepaine-zoutzuur oplosbare organisch gebonden stikstof

1. Principe.

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

2. Toepassingsgebied

Vismeei, diermeel, verenmeel, beenmeel, wolafval, ledermeel, bijprodukten van de bewerking van vellen, galaliet in poeder, hoornmeel en andere produkten van dierlijke oorsprong.

3. Voorbereiding van het analysemonster

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

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

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

M.B. De produkten met veel vocht en/of vet worden voorafgaand voergedroogd respectievelijk ontvet.

Het zeer zorgvuldig gemenst monster in een droog hermetisch gesloten flesje bewaren.

Men dient deze bewerkingen zo snel mogelijk uit te voeren.

4. Apparatuur

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

5. Reagentia

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

6. Analyse uitvoering

- a) In oplossing brengen van de organische stikstof.

Breng een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid analyse-materiaal van 2 g in een maatkolf van 500 ml. Voeg er 450 ml van de op 40°C verwarmde pepsine zoutzuur oplossing (reagens 4) bij en schuut zodanig dat er geen klonters gevormd worden. De pH waarde van de suspensie moet bij het begin van de proef lager zijn dan 1,7. De maatkolf wordt in een waterbad of een incubatiestoof geplaatst die op een temperatuur van $40^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ}$ wordt gehouden. De maatkolf omswenken na 8 u, 24 u en 32 u.

Na 48u 15ml zoutzuur 8 n (reagens 2) toevoegen, de inhoud van de kolf afkoelen tot 20°C , aanvullen tot de streep met water en door een droog vouwfilter filtreren.

b) Bepaling van de stikstof

Breng in een destructiekolf een aliquoot deel van het filtraat b.v. 250 ml; voeg enkele glaspereels en de reagentia, benodigd voor de destructie (zie E.E.G 2.6. toe en verhit. Houd de oplossing krachtig aan de kook en voeg, indien een sterke schuimvorming plaats vindt een weinig anti-schuimmiddel (reagens 5) toe. Verwijder, wanneer het grootste gedeelte van het water uitgedreven is, de laatste resten daarvan voorzichtig onder vermindering van de warmtetoevoer.

c) Blanco proef

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

d) Bepaling van het gehalte aan stikstof totaal

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

7. Uitdrukking van het resultaat.

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

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

b = N gehalte gevonden in b)

c = N gehalte gevonden in c)

d = N gehalte gevonden in d)

Methodo BNL-N-8 : Bepaling van
stikstof gelijktijdig onder diverse
 vormen aanwezig, in aanwezigheid van
 organische stof

- 1) Bepaling van ammoniumstikstof en organische stikstof
 - a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-1
 - b) Ammoniumstikstof : volgens BNL-N-2
 - c) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en b)
- 2) Bepaling van nitraatstikstof en organische stikstof
 - a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-4
 - b) Nitraatstikstof : volgens BNL-N-3
 - c) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en b)
- 3) Bepaling van ureumstikstof en organische stikstof
 - a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-1
 - b) Ureumstikstof : volgens BNL-N-5 of 6
 - c) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en b)
- 4) Cyaanamidestikstof en organische stikstof
 - a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-1
 - b) Cyaanamidestikstof : volgens EEG 2.4
 - c) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en b)
- 5) Ammoniumstikstof, nitraatstikstof en organische stikstof
 - a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-4
 - b) Ammoniumstikstof : volgens BNL-N-2, werkwijze c)
 - c) Nitraatstikstof : volgens BNL-N-3
 - d) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c)
- 6) Nitraatstikstof, cyaanamidestikstof en organische stikstof
 - a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-4
 - b) Nitraatstikstof : volgens BNL-N-3
 - c) Cyaanamidestikstof : volgens EEG 2.4
 - d) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c)

7) Ureastikstof, cyaanmidestikstof
en organische stikstof

- a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-1
- b) Urea
stikstof : volgens BNL-N-6- c) Cyaan
midestikstof : volgens EEG 2.4- d) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c)

8) Ammoniumstikstof, ureastikstof
en organische stikstof

- a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-1
- b) Ammonium
stikstof : volgens BNL-N-2- c) Urea
stikstof : volgens BNL-N-6- d) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c)

9) Nitraatstikstof, ureastikstof
en organische stikstof

- a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-4
- b) Urea
stikstof : volgens BNL-N-6- c) Nitraat
stikstof : volgens BNL-N-3- d) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c)

10) Ammoniumstikstof, nitraatstikstof,
ureastikstof en organische stik-
stof

- a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-4
- b) Nitraat
stikstof : volgens BNL-N-3- c) Ammonium
stikstof : volgens BNL-N-2- d) Urea
stikstof : volgens BNL-N-6- e) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c+d)

11) Nitraatstikstof, ureastikstof,
cyaanmidestikstof en organische
stikstof

- a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-4
- b) Nitraat
stikstof : volgens BNL-N-3- c) Urea
stikstof : volgens BNL-N-6- d) Cyaan
midestikstof : volgens EEG 2.4- e) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c+d)

12) Ammoniumstikstof, nitraatstikstof,
ureastikstof, cyaanmidestikstof
en organische stikstof

- a) Stikstoftotaal : volgens BNL-N-4
- b) Nitraat
stikstof : volgens BNL-N-3- c) Ammonium
stikstof : volgens BNL-N-2- d) Urea
stikstof : volgens BNL-N-6- e) Cyaan
midestikstof : volgens EEG 2.4- f) Organisch gebonden stikstof : door verschil tussen a) en (b+c+d+e)

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

1. Principe

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

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

2. Toepassingsgebied

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

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

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

5. Reagentia

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

6. Analyse-uitvoering

A. Bereiding van de oplossing

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

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

B. Bepaling

Een nauwkeurig afgemeten aliquot gedeelte van de oplossing, dat maximaal 15 mg P_2O_5 bevat, in een Erlenmeyerkorf van circa 500 ml brengen en vervolgens handelen zoals beschreven in de E.E.G.-methode 3.2. zonder toepassing van punt 6.2.

7. Uitdrukking van het resultaat.

% P_2O_5 oplosbaar in mineraal zuur :

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

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

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

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

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

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

Methode BNL-P-2

- Bepaling van fosfor in extracten bij aanwezigheid van organische stof

In dit geval wordt gedeutereerd volgens methode BNL-P-1-1 analyse uitvoering 2de lid.

Daarna wordt de dosering uitgevoerd volgens de E.E.G.-methoden 3.2.

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

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

Pipetteer een aliquot deel oplossing dat ten hoogste 100 mg K_2O bevat in een bekersglas van 250 ml. Voeg 5 ml broomwater (verzadigde oplossing van broom in water) toe, kook het broom uit, koel af. Spoel over in een maatkolf van 100 ml, voeg circa 0,5 g actieve kool (van dusdanige kwaliteit dat kalium-ionen noch geadsorbeerd, noch afgegeven worden) toe en schud krachtig. Vul met water aan tot 100 ml meng en filtreer.

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

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

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

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

Methode BNI-GI-1 : Bepaling van chloriden bij aanwezigheid van organische stof

1. Principe

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

2. Toepassingsgebied

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

3. Bereiding van het monster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

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

5. Reagentia

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

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

(3) a. Oplossing Carrez I : 23,8 g

zinkacetaat ($Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2 aq$)
en 3 g ijszijn oplossen in ge-
destilleerd water en tot het vo-
lume van 100 ml brengen.

b. Oplossing Carrez II : 10,6 g

kaliuhexacyanoferraat ($K_4Fe(CN)_6 \cdot 3$
aq) oplossen in gedestilleerd water
en tot het volume van 100 ml brengen

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

6. Analysetechniek

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

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

Opmerking

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

7. Controle

- 1) Een blanco-proef uitvoeren onder dezelfde omstandigheden en daarmee rekening houden bij het berekenen van de einduitslag;
- 2) Voor het uitvoeren van de ontleding de nauwkeurige uitvoering van de werkwijze nagaan met een zodanig volume van een vers bereide oplossing van kaliumchloride p.a. dat daarin een bekende hoeveelheid van ongeveer 100 mg chloor aanwezig is.

8. Uitdrukking van het resultaat

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

HOOFDSTUK IV : BEPALING VAN DE ZUUR-
BINDEDE WAARDE, CALCIDIUM EN HET
SACCHARINVAALFET

Methodo BU-Ca-1 : Bepaling van de
zuurbindende waarde

1. Principe

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

2. Toepassingsgebied

Voor alle waren opgenomen in de bijlage van de reglementering onder hoofdstuk II en voor cacao-afval. Aanmerkelijke hoeveelheden fosfaten (meer dan 3% P₂O₅) mogen niet aanwezig zijn.

3. Bereiding van het monster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

- Maatkolf van 200 ml met terugvloei-koeler ;
- Buret met gecontroleerde onderverdeling;
- Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur

5. Reagentia

- (1) Gedestilleerd of geheel gedemineraliseerd water, vrij van kooldioxide en ammoniak
- (2) a) Gestelde oplossing van soutzuur
0,8 n

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

6. Analyse uitvoering

Breng een op 1 mg nauwkeurig af-
gewogen hoeveelheid van 1 g stof,
met 50 ml gedestilleerd water
(reagens 1) in een maatkolf van
200 ml; pipetteer daarbij 50 ml
gesteld zoutzuur 0,3 n (reagens
2 a) of 40 ml gesteld zoutzuur
1 n (reagens 2 b) en breng aan
de kook; kook vervolgens zacht op
kleine vlam gedurende een half uur
onder terugvloei-koeling. Koel af,
vul aan tot 200 ml, meng en filtreer.

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

Bereken de zuur-bindende waarde (p) u

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

waarin :

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

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

Opmerkingen :

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

2. Bij bodenverbeterende middelen waarbij geen duidelijk waarneembaar omslagpunt van de indicator kan worden verkregen, dient men te titreren met behulp van een pH-meter tot pH=6,6.

7. Controle

- a) Een blanco-proef verrichten onder dezelfde omstandigheden en daarmee rekening houden bij het berekenen van de einduitslag.
- b) Vóór het uitvoeren van de bepalingen een controlebepaling verrichten met een monster droog calciumcarbonaat p.a.

8. Uitdrukking van het resultaat

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

AANHANGSEL BIJ HET VOORSCHRIFT VOOR DE BEPALING VAN HET GEHALTE AAN ZUURBINDEND NESTANDDELEN.

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

In afwijking van het normale voorschrift, wordt nadat van het filtraat 50 ml afgepipeteerd is, 100 ml koolzuurvrij water en 1 ml waterstofperoxide 50 % toegevoegd. Vervolgens wordt de overmaat zuur getitreerd met loog 0,1 n t.o.v. de indicator : bromeresol-groen (0,1 g tetrabroom-*m*-cresol-sulfaatleïne in 1,5 ml 0,1 n NaOH oplossen en met water verdunnen tot 100 ml).

De omslagkleur wordt vergeleken met die van een bufferoplossing van pH 5,2 van gelijk volume en met gelijke indicatorconcentratie.

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

II. Voor waren die kiezelkalk bevatten en behalven aan P_2O_5 van 5 % of meer en mengsels van kiezelkalken met Thomasslakkenmeel :

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

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

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

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

Herhaal de bewerking.

Verhit daarna op een elektrische kookplaat totdat alle azijnzuur verdwenen is (aan de geur te controleren).

Gloei daarna nog tenminste 10 min. bij $550^{\circ} C$. Koel af; breng het residu met water over in een maatkolf van 200 ml en handel daarna als in het voorschrift voor normale kalkmoststoffen beschreven is.

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

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

1. Principe

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

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

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

2. Toepassingsgebied

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

3. Bereiding van het monster

Zie Hoofdstuk I.

Matte produkten moeten vóór deze bewerkingen op passende wijze voorgedroogd worden.

4. Apparatuur

Een buret met gecontroleerde onderverdeling.

Elektrische verbrandingsoven met regelbare temperatuur.

Asvrije filters.

Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of geheel gede-
mineraliseerd water;

(2) Zoutzuur $d = 1,05$;

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

(4) Waterstofperoxyde 30 %
(Perhydrol);

(5) Ammoniumoxalaat-oplossing : bij
kamertemperatuur verzadigde oplos-
sing (circa 4 %);

(6) Zoutzuur $d = 1,10$;

(7) Ammoniumacetaat-oplossing :
150 g in water oplossen tot 1 l
brengeu.

(8) Indicator-oplossing : 100 mg
broomfenolbleuw (tetrabroomfenolsul-
fophtalcine) aanwrijven met 1,5
ml loog 0,1 n en met water aan-
vullen tot 100 ml;

(9) Ammonia $d = 0,91$;

(10) Ammonia $d = 0,996$
(1 g NH_3 in 100 ml);

(11) Zwavelzuur $d = 1,05$;

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

6. Analyse uitvoering

A) Bereiding van de oplossing

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

a) Bij afwezigheid van organische stof:

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

b) Bij afwezigheid van organische stof

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

c) Bij aanwezigheid van organische stof:

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

B) Benaming

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

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

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

C) Opmerkingen

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

- 2) Bij analyse van stoffen waarbij hoge gehalten aan ijzer, aluminium, magnesium e.d. te verwachten zijn wordt eveneens 25 ml van de analyseoplossing in bewerking genomen. Bovendien wordt de afgepipetteerde hoeveelheid van deze oplossing na toevoegen van 5 ml zoutzuur (reagens 2) tot 200 ml verdund in plaats van tot 100 ml ; ook wordt dan 75 ml ammoniumoxalaat (reagens 5) toegevoegd in plaats van 40 ml.
- 3) Bij analyse van stoffen waarin gehalten aan mangaan vanaf 0,4 % te verwachten zijn moet de werkwijze gevolgd worden die in het aanhangsel van deze methode is beschreven.

7. Controle

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

8. Uitdrukking van het resultaat

Het resultaat van de analyse uitdrukken in procent calcium.

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

p = % calcium

V = aantal ml kaliumpermanganaat, gebruikt voor de titratie.

n = de titer van dit kaliumpermanganaat

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

AANHANGSEL BIJ HET VOORSCHRIFT VOOR
DE BEHANDLING VAN HET GEHALTE AAN
CALCIUM OPLOSBAAR IN MINERAAL ZUUR

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

1. Principe

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

2. Toepassingsgebied

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

3. Bereiding van het monster

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

Deze producten moeten vóór deze bewerkingen op passende wijze voorgedroogd worden.

4. Apparatuur

Barret met gecontroleerde onderverdeling.

Elektrische verbrandingsoven met regelbare temperatuur.

Asvrije filters.

Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of geheel gedemineraliseerd water

(2) Zoutzuur $d=1,05$

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

(4) Waterstofperoxide 30 % (Perhydrol)

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

(6) Zoutzuur $d = 1,10$

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

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

(9) Ammonia $d = 0,91$

(10) Ammonia $d = 0,995$ (1g NH_3 in 100ml)

(11) Zwavelzuur $d = 1,03$

(12) Gesteld kaliumpermanganaat : ongeveer 0,10 n of ongeveer 0,2 n of ongeveer 0,55 n

(13) Ijsazijn

(14) Kaliumpermanganaat 1 %

(15) Ammoniumchloride in poedervorm

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

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

(18) Ferrichloride : 10 % oplossing in water

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

6. Analyse uitvoering

A. Metaalstukken en silikaathoudende waren.

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

Voeg 10 ml broomwater (reagens 3) toe en kook nogmaals gedurende $\frac{1}{2}$ uur. Koel af, vul, in een maatkolf, met water aan tot 200 ml, meng en filtreer. Pipeteer van het filtraat een hoeveelheid van 25, 50 of 100 ml af, welke maximaal 100 mg P_2O_5 bevat (bij voorkeur 100 ml).

Vul zo nodig met water aan tot een volume van ca 100 ml. Voeg - indien het monster niet reeds veel ijzer bevat - 1 ml ferrichloride (reagens 18) toe voor elke 25 mg P_2O_5 dat aanwezig is en daarna 10 % ammoniumchloride (reagens 15). Neutraliseer in een langzaam tempo met ammonia (reagens 9) onder voortdurend omzwenken tot juist geel t.o.v. methylrood; wacht tijdens het neutraliseren een halve minuut zodra een neerslag ontstaat.

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

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

Pipeteer 100 ml van het filtraat in een bekorglas van ca 500 ml. Voeg 1 ml ijszijn (reagens 13) en 35 ml benzoaatoplossing (reagens 16) toe en zwenk om; voeg 3 ml zoutzuur $d = 1,05$ (reagens 2) toe en zwenk nogmaals om. Kook vervolgens gedurende 5 min. (niet langer).

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

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

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

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

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

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

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

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

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

7. Berekening

Het resultaat van de analyse uitdruken in procent calcium

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

p = % calcium

V = aantal ml kaliumpermanganaat gebruikt voor de titratie

n = de titer van dit kaliumpermanganaat

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

Methode DNJ-Cu-3 : Bepaling van calcium oplosbaar in water

1. Principe

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

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

2. Toepassingsgebied.

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

3. Bereiding van het analysemonster

A. Zie Hoofdstuk I.

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

Wegen. Stel het gewichtsverlies per 100 g stof gelijk aan a.

4. Apparatuur

Roteertoestel met 35-40 omwentelingen per minuut.

Buret met gecontroleerde onderverdeling.

Elektrische verbrandingsoven met regelbare temperatuur.

Asvrije filters.

Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of gedemincraliseerd water

(2) Saccharose

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

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

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

(6) Ammonia d = 0,91

(7) Ammonia d = 0,996 (1 g NH₃ in 100 ml water)

(8) Zwavelzuur d = 1,03

(9) Kaliumpermanganaat, gesteld 0,1 n

(10) Zoutzuur d = 1,1

6. Analyse uitvoeringA. Kalksalpeter

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

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

B. Calciumsulfaat

0,5 g analysemateriaal op een mg nauwkeurig afwegen en in een maatkolf van 500 ml brengen. Circa 450 ml water (reagens 1) van omstreeks 20° C, waarin 5 g saccharose (reagens 2) is opgelost, toevoegen en 2 uur laten roteren. Met water aanvullen, mengen, en filteren. 100 ml van de heldere oplossing in een bekeerglas van 500 ml pipeteren en 10 ml zoutzuur (reagens 10) toevoegen.

De bepaling van het calcium uitvoeren volgens het voorschrift Ca-02 onder uitvoering sub B beschreven.

7. Uitdrukkingen van het resultaat

A. Kalksalpeter (calciumnitraat)

Het resultaat van de analyse uitdrukken in procent CaO.

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

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

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

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

B. Calciumsulfaat

Het resultaat van de analyse uitdrukken in procent Ca.

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

p = % calcium

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

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

Indien een voordroging werd toegepast, dient de formule voor de berekening als volgt te worden aangevuld teneinde het gehalte aan calcium in de oorspronkelijke stof te verkrijgen :

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

a = gewichtsverlies per 100 g stof bij de voordroging.

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

1. Principe

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

2. Toepassingsgebied

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

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

Deze produkten moeten vóór deze bewerkingen op passende wijze vóórgedroogd worden.

4. Apparatuur

A. Eerste bewerking :

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

B. Tweede bewerking :

Behalve de apparaten voorzien voor de eerste bewerking :

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

5. Reagentia

Eerste bewerking :

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

Tweede bewerking:

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

6. Werkwijze

Eerste bewerking

-Plaats een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van 2 tot 5 g van het monster (afhankelijk van de samenstelling) in een kolf van 500 ml met drie halzen; voeg 200 ml ethanoloplossing 1 % (reagens 2) toe en zet de kolf in brokjes ijs.

- Verbind het pijpje met het reduceerventiel van de kooldioxide gascylinder en breng het in de kolf (schema 1).

- Leid kooldioxide (reagens 1) door. Het doorborrelen mag niet hevig zijn. Duur van het doorborrelen : minimum 6 uur (schema 1)

- Verbind met de koeler, maak de aansluiting met de gascylinder los, sluit de derde hals af en kook gedurende ongeveer drie kwartuur om de overmaat kooldioxide en de alcohol te verdrijven (schema 2).

Tweede bewerking

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

- Bereiding van de buis voor het zuiveren van lucht : de cilindrische buis van 100 ml met kraan wordt achtereenvolgens gevuld tot op $\frac{1}{3}$ van zijn hoogte met gekorrelde silicagel en de overige $\frac{2}{3}$ met natronkalk.

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

----- Uitvoering -----

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

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

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

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

Laat het zuur, druppelsgewijze, toevoelen 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 aan te bevelen tussen de spathelm en de opvangfles voor waterdamp een wasflesje met parafinolie te brengen.

Stel vijf minuten na het toevoegen van de laatste druppels zuur, de koeler in werking en breng 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 buis voor het zuiveren van lucht. 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.

De gewichtstoename 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 :

- 1) de luchtzuiging te sterk is geweest
- 2) de eerste absorptiefles verzuurd was.

7. Controle

Vóór het uitvoeren van de bepalingen, de goede werking van het apparaat en de nauwkeurige uitvoering van de werkwijze nagaan door 2 g calciumcarbonaat p.a. (reagens 8) aan de tweede bewerking te onderwerpen.

Er moet theoretisch 279,4 mg kool-
dioxide gevonden worden.

6. Utdrukken van de uitslag

De uitslag wordt berekend als procent
calciumcarbonaat in de neststof.

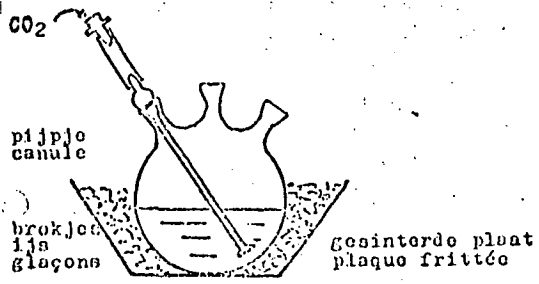
Berckening :

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

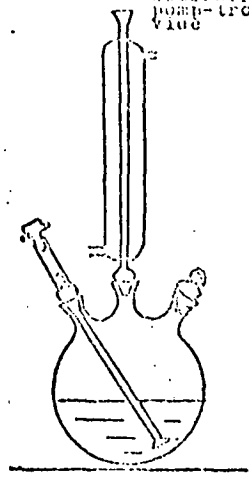
G = gewicht van het opgeslorpte kool-
dioxide in g.

e = gewicht van het monster in g.

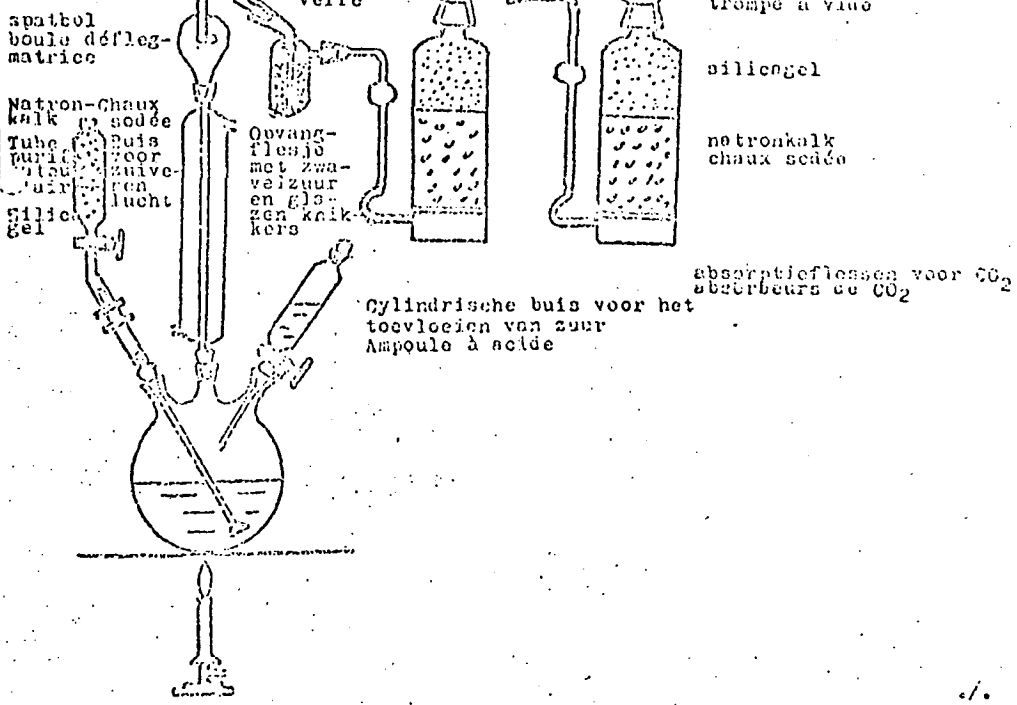
Schema 1



Schema 2
Waterstraalpompe
pompe-trompe à
vide



Schema 3
Trappe H₂SO₄
billes de
verre



Methode BNI-Cn-5 : Bepaling van het basenequivalent

M
1'

1. Doel en princine

1.

De meststoffen kunnen een invloed uitoefenen op de zuurgraad van de bodem. Deze invloed wordt bepaald door het totaal van de bestanddelen van de meststof zoals deze in de handel gebracht wordt.

Les
sur
est
de
lic

De methode heeft tot doel de waarde van de uiteindelijke reactie van de meststof na toevoeging aan de bodem te bepalen.

La
val
gro
sol

Zij bestaat uit drie bepalingen :

Ell

- 1) een bepaling van het basenequivalent van de as door titratie met zuur ;
- 2) een bepaling van het gehalte aan stikstof totaal ;
- 3) een bepaling van het P_2O_5 , onoplosbaar in neutraal ammoniumcitraat (volgens methode A.O.A.C.).

1)
2)
3)

De verkregen resultaten maken het mogelijk het getal van het basenequivalent per 100 kg meststof te berekenen, uitgedrukt als "zuurwerkend", "basisch werkend" of "neutraalwerkend".

Les
ap
d'
exp
bac

2. Toepassingsgebied

2.

De methode is van toepassing voor meststoffen, waarvoor een garantie wordt gegeven hetzij voor calcium, oplosbaar in mineraalzuur, uitgedrukt als calcium, hetzij voor calcium en/of magnesium in zuurbindende vorm, uitgedrukt in calciumcarbonaat.

Ja
gro
un
ou
sou
car

3. Bereiding van het monster

3.

Zie Hoofdstuk I.

Vof

4. Apparatuur

- porseleinen schaal van 100 à 150ml;
- sandbad
- waterbad
- oven met temperatuurregelaar
- Goochkroesje
- waterstraalluchtpomp
- pH -meter
- normale laboratoriumapparatuur

5. Reagentia

(1) Indicatormengsel : 0,1 g broomcresolgroen - 0,02 g methylovanje

Na aanwrijven van deze hoeveelheden, langzaam 2 ml NaOH 0,1 n toevoegen en vervolgens verdunnen met water tot 100 ml en mengen.

(2) Natriumcarbonaat-sacharose-oplossing

106 g Na_2CO_3 (of 286 g $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$) en 50 g sacharose oplossen in water. Aanvullen tot 1 liter en mengen.

(3) Dezelfde oplossing als onder (2), echter zonder toevoeging van sacharose.

(4) Natriumhydroxide-oplossing : 0,5n

(5) Zoutzuur-oplossing : n

(6) Koolpoeder p.a. vrij van fosfaten (6)(7) Bufferoplossing van pH = 4,3 : (7)

500 ml van een 0,1 n kaliumbiphtalaatoplossing ($C_{12}H_8KO_4$) + 4,7 ml NaOH 0,1 n. 50 m
acid
de N
A ut

6. Analysetechniek voor de bepaling van het basenequivalent van de ns. 6. T
m
c

Weeg op 1 mg nauwkeurig 0,25 g van het bereide monster. Pesc
till

A. Voor enkelvoudige en samengestelde meststoffen die minder dan 1% nitraatstikstof bevatten. A. P
c
n

Breng de afgewogen hoeveelheid in een porseleinen schaal van 100 à 150 ml. Voeg met een pipet 10 ml Na_2CO_3 -saccharose-oplossing (reagens 2) toe en meng zorgvuldig met de afgewogen hoeveelheid. Plac
sule
Prél
tion
et m
prio

(*) Plaats de schaal in het zandbad zodanig dat het zand even hoog komt als het mengsel. Damp volledig droog. (Plaats, teneinde verliezen door spat- ten te voorkomen, boven het mengsel een kegelvormig gevouwen asvrij pa- pieren filter sodanig dat de basis van de kegel blijft rusten op de binnenwand van de schaal; de top van de kegel wordt afgesneden ten- einde een uitlatingopening te vormen van 3 mm diameter). (*)
sabl
Evap
(Pou
tion
cône
tell
puie
de l
coup
peme

Plaats vervolgens de schaal in een oven op 250° C en voer geleidelijk de temperatuur op tot 575-600°C. Laat daarna gedurende 1 uur bij deze temperatuur staan. Plac
à 25
grad
Lais
cett

Neem de schaal uit de oven en laat afkoelen. Voeg 50 ml water toe, dek af met een horlogeglas en voeg voorzichtig 30 ml HCln (reagens 5) toe langs de tuit van de schaal. Reti
dir.
verr
30 m
vers

Plaats, wanneer het opbruisen beëin- digd is, de afgedekte schaal geduren- de een uur op het kokend waterbad. A la
caps
un b
suit

Titreer daarna volgens een der vol- gende methoden :

a) Met het indicatormengsel

Filtreer de oplossing door een papier- en filterachijf of asbestfilter- (vooraf behandeld met een HCl n-oplossing en vervolgens gewassen met H_2O tot het filtraat neutraal reageert).

De filtratie geschiedt onder verminderde druk in een Goochkroosje. Was het neerslag uit met warm water, dat opgevangen en bij het filtraat gevoegd wordt.

Breng na afkoeling, het holdere filtraat met het waswater tot een volume van circa 100 ml.

Voeg 0,4 ml van het indicatormengsel (reagens 1) toe en titreer met de NaOH 0,5 n (reagens 4) oplossing tot lichtgroene kleur.

Gebruik de bufferoplossing van pH 4,3 (reagens 7) ter vergelijking van de kleur van het omslagpunt.

Voer een blanco-bepaling uit als volgt : breng met behulp van een pipet 10 ml reagens 2 in een erlenmeyer van 250 ml.

Voeg voorzichtig 30 ml HCl n (reagens 5) toe. Kook zachtjes gedurende enkele minuten om het CO_2 te verdrijven.

Koel af. Titreer met $NaOH$ 0,5 n (reagens 4).

Het aantal ml NaOH 0,5 n, bij deze titratie gebruikt, geeft het resultaat van de blanco-proef.

b) Met de glaselectrode

Laat de oplossing tot kamertemperatuur afkoelen zonder te filtreren.

Titreer de oplossing in een bekersglas van 150 ml met de NaOH 0,5 n (reagens 4) oplossing tot pH 4,3.

Deze titratie wordt uitgevoerd met een pH-meter met glaselectrode onder voortdurend roeren.

Voer een blanco-bepaling uit zoals beschreven onder a).

B. Voor enkelvoudige of samengestelde meststoffen die meer dan 1% nitraatstikstof bevatten.

Plaats de afgewogen hoeveelheid in een porseleinen schaal van 100 à 150 g, voeg met de pipet 10 ml reagens 3 toe, voeg 0,25 g koolpoeder (reagens 6) toe en meng zorgvuldig.

Vervolg zoals beschreven onder A vanaf: (*). Voer een blanco-bepaling uit zoals beschreven onder A a).

7. Berekening

1) Men trokt algebraïsch het aantal ml van de titratie van de as van het monster af van het aantal ml verkregen bij de blanco-titratie. Men behoudt het algebraïsch teken van het verkregen getal. Men vermenigvuldigt het verkregen verschil met 5,608.

2) Het gevonden gehalte in procent aan stikstof-totaal (volgens N-07 of N11) wordt vermenigvuldigd met 1,001. Men geeft aan het verkregen getal het minus teken (-).

(3) Het gehalte in procent aan P_2O_5 onoplosbaar in neutraal citraat (pH = 7) wordt vermenigvuldigd met 0,790. Aan dit getal wordt het minusteken (-) gegeven.

Men telt algebraïsch de uitslagen verkregen onder 1, 2 en 3 samen om zo het getal X te verkrijgen van het basenequivalent per 100 kg meststof.

Indien dit getal hoger is dan +5, neemt men aan dat de meststof basisch werkt.

Indien dit getal lager is dan -5, neemt men aan dat de meststof zuurwerkend is.

In de overige gevallen wordt volgens de reglementering aangenomen dat de meststof neutraalwerkend is.

B. Uitdrukking van het resultaat

Het resultaat wordt al naargelang van het geval als volgt uitgedrukt:

- a) indien het verkregen getal (X) lager is dan -5;
"basenequivalent : - x zuurwerkend"
- b) indien het verkregen getal (X) hoger is dan + 5 ;
"basenequivalent : + x basisch werkend"
- c) in alle andere gevallen :
" Basenequivalent : + X respectievelijk - X neutraalwerkend ".

HOOFDSTUK V : BEPALING VAN
ZWAVEL EN BARIUM

CHAI
ET D

Methode PHL-S-1 : Bepaling van
zwavelzuuranhydride oplosbaar in
water

Méth
l'an

1. Principe

Sulfaten worden opgelost in water; in de verkregen oplossing wordt het sulfaat neergeslagen als barium-sulfaat.

1. P
Diss
dans
sont
de b

2. Toepassingsgebied

Toepasbaar voor de produkten opgenomen in hoofdstuk I van de bijlage van de reglementering en waarvoor de waarborg voor het gehalte aan zwavel oplosbaar in water en afkomstig van het sulfaat-anion toegelaten is.

2. D
Appl
I de
pour
on s
de l

3. Bereiding van het analysemonster

3. P
à 1'

Zie Hoofdstuk I.

Voir

4. Apparatuur

4. A

- Roteerapparaat, 35 tot 40 omwentelingen per minuut;
- waterbad;
- koffeloven;
- filtreerkroes van porcelein, poriënwijdte 5 tot 15 micron;
- goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

- Ag
40
- ba
- fou
- cre
- tur
- ver
- nor

5. Reagentia

5. Re

(1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water.

(1) E

(2) Saccharose

(2) S

(3) Zoutzuur 3 n.

(3) A

(4) Zoutzuur 8 n.

(4) A

(5) Bariumchloride-oplossing 0,08 n.

(5) S

(6) Dinatriumzout van ethyleendiami-
nolobenzonijzuur (EDTA)

6. Analyse-uitvoering

A. Bereiding van de oplossing

1. In alle gevallen behalve die voor-
sien in punt A.2.

Breng een tot 1 mg nauwkeurig afge-
wogen hoeveelheid van het analyse-
monster van bij voorkeur 2g, waarin
ten hoogste 1 g SO_3 aanwezig is, in
een maatkolf van 200 ml. Voeg 100 ml
water (reagens 1) toe en kook ge-
durende 1 uur. Koel af, vul aan met
water (reagens 1) tot 200 ml, meng
en filtreer.

Pipetteer van het filtraat een ali-
quot van bij voorkeur 25 ml welke
ten hoogste 130 mg SO_3 mag bevat-
ten, in een bekerglas van ca. 750ml.
(Indien er meer dan 2,5 mg nitraat-
stikstof in het afgepipeteerde deel
aanwezig is, wordt na toevoeging van
25 ml zoutzuur 8 n (reagens 4) op een
kokend waterbad in een schaal inge-
dampt tot droog. Daarna wordt de in-
houd van deschaal met heet water
overgebracht in een bekerglas van
750 ml en afgekoeld).

Voeg 4 ml zoutzuur 3 n (reagens 3)
toe en breng met water (reagens 1)
op een volume van circa 400 ml.

Voeg, indien de oplossing gekleurd is
(zelfs indien de kleur zwak is), 1 g
van het natriumzout van EDTA (reagens
6) toe om de eventuele invloed van
ijzer, koper en kobalt op te heffen.
De gevormde complexen zijn over het
algemeen sterk gekleurd.

2. Indien sulfaat aanwezig is in de
vorm van calciumsulfaat en bij af-
wezigheid van organische stof 1

Breng een tot op 1 mg nauwkeurig afge-
wogen hoeveelheid van ca. 0,5 g van het
analysemonster in een maatkolfje van
500 ml. Voeg een oplossing van 5 g
sacharose (reagens 2) in ca. 450 ml
water (reagens 1) toe. Laat gedurende
2 uren roteren in het roterappa-
raat. Vul met water (reagens 1) aan
tot 500 ml, meng en filtreer. Pipet-
teer 200 ml van het filtraat (bij
lage gehalten meer maar maximaal 400
ml) in een bekerglas van 750 ml.

Voeg 4 ml zoutzuur 3n (reagens 3) toe en breng met water (reagens 1) op een volume van ca. 400 ml;

B. Eigenlijke bepaling

Verhit de oplossing tot koken. Voeg in een keer 75 ml kokende bariuschloride-oplossing (reagens 5) toe. Roer. Houd de vloeistof nog circa een half uur aan de kook. (Om regelmatig koken te bevorderen voegt men enkele stukjes filtreerpapier toe). Plaats het beker-glas met inhoud op een kokend waterbad en laat ca. anderhalf uur bezinken. Filtreer de nog warme inhoud over het tevoren gedroogd en gewogen porseleinen filtreerkroesje. Was het neerslag met heet water uit tot praktisch chloorvrij.

Veeg het kroesje aan buitenszijde en onderkant af. Droog gedurende een half uur bij 110° C. Gloei vervolgens in een roffeloven bij 700° C gedurende één uur (zie opmerking). Koel af in een exsiccator en weeg de kroes met inhoud.

7. Uitdrukking van het resultaat.

$$\% \text{SO}_3 = p \times 34,3 \times \frac{V}{a \times g}$$

waarin p = gewicht van het neerslag, uitgedrukt in gram;

V = totaal volume van de oplossing, uitgedrukt in milliliter;

a = volume van het aliquot gedeelte uitgedrukt in milliliter;

g = afgewogen hoeveelheid van het monster, uitgedrukt in grammen.

8. Opmerking.

Indien in het monster organische stof aanwezig is wordt het neerslag van bariumsulfaat 2 uur bij 800° C gegloeid i.p.v. 1 uur bij 700° C.

Methode BNI-Na-1 : Bepaling van natriumoxide, oplosbaar in water

1. Principe

Van het analysemonster worden de natriumsouten met water in oplossing gebracht. Na eventueel verwijderen van de organische stof wordt het gehalte aan natrium vlamfotometrisch bepaald in aanwezigheid van caesiumchloride en aluminiumnitraat. Door het toevoegen van deze beide stoffen wordt de invloed van andere elementen praktisch opgeheven.

2. Toepassingsgebied

Voor alle varen, opgenomen in hoofdstuk I van de bijlage van de reglementering waarvoor de waarborg voor het natriumoxide oplosbaar in water toegelaten is.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

Vlamfotometer geschikt voor metingen bij een golflengte van 589 nm.
Roteerapparaat, 35 à 40 omwentelingen per minuut.
Goed gereinigd glaswerk en normale laboratoriumapparatuur.

5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water.

(2) Broomwater : verzadigde oplossing van broom in water

(3) Zoutzuur (d = 1,12) p.a.

(4) Caesiumchloride p.a.

(5) Aluminiumnitraat $Al (NO_3)_3 \cdot 9H_2O$

(6) Droog natriumchloride p.a.

(7) Bufferoplossing : los 50 g caesiumchloride en 250 g aluminiumnitraat op in water, vul aan met water tot 1.000 ml en meng. Bewaar deze oplossing in een fles van kunststof. Deze oplossing kan uit de handel betrokken worden voor gebruik bij vlamfotometrische bepalingen.

(8) Natrium-standaardoplossing : los 2,342 g natriumchloride op in water onder toevoeging van 5 ml zoutzuur (reagens 3), vul met water aan tot 1.000 ml en meng.

Bewaar deze oplossing in een fles van kunststof. 1 ml van deze oplossing bevat 1,00 mg Na, overeenkomend met 1,348 mg Na₂O.

6. Analyse-uitvoering

A. Extractie

Breng een hoeveelheid van ca. 5 g van het analysemonster - tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen - in een maatkolf van 500 ml. Voeg ca. 400 ml water (reagens 1) toe. Plaats de kolf in het roterapparaat en laat gedurende 2 uren roteren. Vul met water (reagens 1) aan tot een volume van 500 ml en meng.

B. Bereiding van de oplossing voor de eigenlijke bepaling.

1. Bij afwezigheid van organische stof
Filtreer de oplossing af. Pipeteer 50 ml van het filtraat in een maatkolf van 500 ml, voeg 30 ml zoutzuur (reagens 3) toe, vul met water (reagens 1) aan tot 500 ml en meng.

2. Bij aanwezigheid van organische stof
Laat de oplossing gedurende 1 uur bezinken. Pipeteer 50 ml van de bovenstaande vloeistof in een bekeerglas van 300 ml. Voeg 30 ml zoutzuur (reagens 3) en 10 ml broomwater (reagens 2) toe en zwenk om. Kook in een half uur het broom uit.

Koel af en spoel de oplossing met water (reagens 1) over in een maatkolf van 500 ml. Vul met water (reagens 1) aan tot een volume van 500 ml, meng en filtreer.

C. Eigenlijke bepaling

Pipetteer van de volgens B1 of B2 verkregen heldere oplossing een aliquot deel af dat ten hoogste 1 mg Ba (overeenkomend met 1,35 mg Ba₂O) mag bevatten in een maatkolf van 100 ml (bij gehalten van meer dan 20 % natriumoxide moet tevoren een passende tussenverduunning gemaakt zijn). Voeg dan 10 ml bufferoplossing (reagens 7) aan tot de streep en meng. Meet de oplossing vloeistotmetrisch bij een golflengte van 589 nm. Bereken het resultaat met behulp van een ijkgrafiek.

7. Opstellen van de ijkgrafiek

Pipetteer 10 ml van de standaardoplossing (reagens 8) in een maatkolf van 250 ml, vul met water (reagens 1) aan tot de streep en meng. Pipetteer van deze oplossing 0-5-10-15-20 en 25 ml, overeenkomend met resp. 0-0,2-0,4-0,6-0,8 en 1,0 mg natrium in maatkolfjes van 100 ml. Voeg aan elk kolfje 10,0 ml bufferoplossing (reagens 7) toe, vul met water (reagens 1) aan tot de streep en meng. Het verloop van de ijkgrafiek dient tot een concentratie van 1,0 mg Ba in 100 ml oplossing lineair te zijn.

8. Omerking

Indien het niet mogelijk is op de onder B2 aangegeven werkwijze een helder filtraat te verkrijgen wordt, in plaats van de werkwijze onder B2 aangegeven, 50 ml van de bovenstaande vloeistof in een schaal drooggedroogd; na één uur drogen bij 140° C wordt de schaal met een dek. el. gesloten, waarna gelurende 3 uren bij een temperatuur van 550° C wordt verast.

Na afkoelen wordt 30 ml zoutzuur (reagens 3) (waarmee het deksel wordt afgespoeld) in de schaal toegevoegd. Vervolgens plaatst men de schaal met inhoud, zonder deksel, gedurende 2 uur op een kokend waterbad. Daarna wordt de inhoud van de schaal met water (reagens 1) overgebracht in een maatkolf van 500 ml ; na afkoelen wordt met water (reagens 1) aangevuld, gemengd en gefiltreerd. Handel verder als onder C is aangegeven.

Methode IML-Na-2 ; Bepaling van natriumoxide oplosbaar in water in natriumnitraat

M&T
1'0
dar

1. Principe

Na het bereiden van een oplossing in water wordt een aliquot deel dat ten hoogste 20 mg Na_2O bevat ingedampt tot een volume van ca. 2 ml, waarna het natrium als natriummagnesiumuranylacetaat ($\text{NaMg}(\text{UO}_2)_3(\text{CH}_3\text{COO})_9 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) wordt neergeslagen.

1.
Un
mu
ag
d'
no
di
(U

2. Toepassingsgebied

Van toepassing voor natriumnitraat en natriumnitraat van Chili.

2.
Ap
ni

3. Bereiding van het analysemonster

3.
à

Zie Hoofdstuk I.

Vo

4. Apparatuur

Roteerapparaat, 35 à 40 omwentelingen per minuut;
Kokend waterbad;
filtreerkroesje met poriënwijde van 5 tot 15 micron.

4.
Ag
ton
bat
cro
de

5. Reagentia

5.

(1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water

(1)

(2) Ethanol 96 %

(2)

(3) Uranylreagens : breng in een kolf van 1000 ml achtereenvolgens 32,0 g uranylacetaat, 100,0 g magnesiumacetaat, 20,0 ml ijsazijn, 500 ml ethanol 90 % en 300 ml water. Verwarm op een kokend waterbad onder af en toe omzwenken tot alle zouten opgelost zijn. Koel af, vul met water aan tot 1000 ml en meng.

(3)
dar
32,
d'
acc
et
mar
aut
sel
100
Maf
fil
de
rif
fil

Laat enige dagen in het donker staan; filtreer. Bewaar het filtraat afgesloten van het licht.

Controleer voor gebruik of de oplossing nog helder is, filtreer zo nodig.

6. Uitvoering

Breng een tot op 1 mg afgewogen hoeveelheid van ca. 2,5 g van het analysemonster in een maatkolf van 500 ml; voeg ca. 450 ml water (reagens 1) toe en laat gedurende $\frac{1}{2}$ uur roteren in het rotceerapparaat. Vul met water aan tot 500 ml (reagens 1) meng en filtreer. Pipeteer 10 ml van het filtraat in een bekersglas van 100 ml. Damp op kokend waterbad in tot een volume van ten hoogste 2,5 ml. Koel af. Voeg 50 ml uranylreagens (reagens 3) toe. Laat gedurende tenminste 8 uren afgesloten van het licht staan. Filtreer over een bij 105° C gedroogd en gewogen kroesje. Was het neerslag in het kroesje uit met ethanol 96 % (reagens 3) tot praktisch zuur vrij (5 maal met 5 ml zijn voldoende). Veeg het kroesje aan de onderkant en buitenzijde droog. Droog vervolgens het kroesje met inhoud gedurende 30 minuten bij 100° tot 103°C. Koel af in een exsiccator en weeg.

7. Berekening

Bereken het percentage Na_2O uit de formule :

$$\% \text{Na}_2\text{O} = \frac{p \times 0,02022 \times 5}{g}$$

waarin

p = gewicht van het neerslag in mg;

g = afgewogen hoeveelheid monster in g.

HOOFDSTUK VI : DIVERSE BEPALINGEN

1ste reeks methoden : IML-Div-1
tot IML-Div-4

Methode IML-Div-1 : Bepaling van
organische stof

1. Principe

Het analysemateriaal wordt met een oplossing van trichlooraazijnzuur behandeld. Na centrifugeren en verwijdering van de vloeistof wordt het residu gedroogd en gewogen.

Het droge residu wordt verast en de as gewogen.

Uit het verschil tussen deze twee wegingen wordt het gehalte aan organische stof berekend.

2. Toepassingsgebied

Deze methode is toepasbaar voor de waren voorkomende in de bijlage van de reglementering waarvoor een gehalte aan organische stof voorzien is.

3. Bereiding van het analysemonster

Zie Hoofdstuk I.

4. Apparatuur

Normale laboratoriumapparatuur waaronder :

- a) elektrische droogtoef met regelbare temperatuur ;
- b) elektrische verbrandingsoven met regelbare temperatuur ;
- c) geplooid navrij filterpapier diameter $\pm 18,5$ cm of filterkroon, poriëndiameter 40-90 μm (porositeit 2) ;
- d) centrifuge geschikt voor snelheden van tenminste 4.000 toeren per minuut en voor het centrifugeren met centrifugebuizen van ruim 50 ml inhoud.

5. Reagentia

- (1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water.
- (2) Azijnzuurtrichloride-oplossing van 20 p. r/v in water.
- (3) Azijnzuurtrichloride (vochtvrij) R.A.

6. Uitvoering

Bring in een centrifugebuis een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 1,5 g van het analysemateriaal (zie echter ook opmerking) en 50 ml van een 20 % oplossing van azijnzuurtrichloride (reagens 2). Laat een half uur staan en roer om de 10 minuten voorzichtig met een roerstaafje (roerstaafje later met zeer weinig water aïspuiten).

Centrifugeer met een snelheid van tenminste 4.000 toeren per minuut gedurende 15 minuten tot de bovenstaande vloeistof praktisch helder is.

Giet de bovenstaande vloeistof tot de laatste druppel door een filter. Bring het residu van de centrifugebuis met water (reagens 1) over in een platina-, porseleinen- of kwartschaal. Wanneer de vloeistof volledig door de filter gefiltreerd is, spoel het residu van de filter met water (reagens 1) over in de schaal.

Damp in tot droog op kokend waterbad. Droog de schaal met inhoud vervolgens in een droogstoof gedurende 3 uren bij 140° C ; koel af in een exsiccator en weeg snel. Veras vervolgens langzaam en voorzichtig op een gasvlam en voltooi de verassing door de platinschaal gedurende 2 uren in een koffeloven bij 550° C te plaatsen. Koel af in een exsiccator en weeg weer.

Het verschil tussen de twee wegingen is de organische stof.

7. Berekening

Bereken het percentage organische stof uit de formule :

$$p = 100 \times \frac{r - m}{g}$$

waarin

g = de afgewogen hoeveelheid analysemateriaal in grammen

r = het gewicht van residu + platina-schaal in grammen na drogen bij 140°C

m = het gewicht van aa + platina-schaal in grammen na verassen bij 550°C .

Indien een voordroging werd toegepast dient de formule voor de berekening als volgt te worden aangevuld teneinde het gehalte aan organische stof in de oorspronkelijke waar te verkrijgen :

$$p = 100 \times \frac{r - m}{g} \times \frac{100 - a}{100}$$

a = gewichtsverlies per 100 g bij de voordroging.

Opmerking :

Indien het analysemonster uit vloeibare, stroopachtige of pasta-vormige produkten bestaat wordt een tot op 1 mg nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van ten hoogste 25 gram (zo mogelijk overeenkomend met 1 à 2 gram droge stof) in een centrifugebuis gebracht ; vervolgens wordt 10 g vochtvrije azijnzuurtrichloride (reagens 3) toegevoegd en daarna water (reagens 1) tot een totaal volume van circa 50 ml verkregen is.

Vervolgens wordt gehandeld als bij (C) uitvoering beschreven is.

Methode BNL-Div-2 : Bepaling van vocht

1. Principe

Al naargelang de aard van de waar, een bepaalde hoeveelheid van het monster, een bepaalde tijd, bij een bepaalde temperatuur, 't zij bij atmosferische, 't zij bij verminderde druk drogen. Het gewichtsverlies wordt aangemerkt als vocht. Bij eventueel ontwijken van ammoniak, zo nodig een correctie aanbrengen.

2. Toepassingsgebied

Voor de waren voorkomende in de bijlage van de reglementering.

3. Bereiding van het analysemonster

Al naargelang de aard van de waar het analysemonster bereiden volgens een der hierna beschreven methodes :

a) Algemene methode

Het monster zeven door een zeef met openingen van 1 mm; het residu fijn maken totdat het volledig door de zeef gaat. Indien kalium en/of magnesiumzouten aanwezig zijn, dient het monster aanmerkelijk fijner gemalen te worden, zo mogelijk tot de stof door de zeef van 0,5 mm kan passeren. Na deze beide bewerkingen het monster zeer zorgvuldig mengen en in een droog en hermetisch gesloten flesje bewaren.

Het is nodig deze bewerkingen met de gepaste snelheid uit te voeren teneinde alle verlies of opslorping van stoffen te voorkomen.

b) Bijzonder gevallen

- 1) Voor vloeibare, stroopachtige en pastavormige produkten : het analysemonster zorgvuldig homogeen maken door roeren of schudden.
- 2) Voor vochtige produkten die tijdens de bereiding van het analysemonster vocht kunnen verliezen wordt een voordroging toegepast als volgt: een nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 100 g van het goed gemengd monster of een veelvoud daarvan op een getarreerde glazen, porseleinen of metalen schaal in een dunne laag

Mét

l'h

1.

Sel

séc

que

tit

dan

dét

est

por

en

2.

Aux

nex

3.

des

Sel

pré

l'a

déc

a)

Pas

ver

jus

de

siu

en

tra

0,5

ger

con

Il

ave

ter

son

b)

1)

2)

uitspreiden, in een droogstoof op 70° C drogen tot het grootste deel van het vocht verwijderd is.

De schaal uit de stoof nemen en een paar uren aan de lucht laten afkoelen. Weegen. Stel het gewichtsverlies per 100 g op X. Het gedroogd residu bereiden volgens de algemene methode beschreven in a).

- 3) Voor vochtige produkten die tijdens de bereiding van het analysemonster vocht kunnen verliezen en tevens kooldioxide kunnen opnemen, de voordroging als volgt uitvoeren: een nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 100 g van het goed gemengd monster of een veelvoud daarvan in een dunne laag op een getarreerde glazen, metalen of porseleinen schaal uitspreiden. In een exsiccator plaatsen met toepassing van vast natriumhydroxide als droogmiddel tot het grootste deel van het vocht verwijderd is. De schaal met de stof uit de exsiccator nemen en weegen. Stel het gewichtsverlies per 100 g stof op X. Het gedroogd residu bereiden volgens de algemene methode beschreven in a).
- 4) De hygroscopische produkten als natriumnitraat worden niet gemalen, maar zorgvuldig gemengd.

4. Apparatuur

- Laboratoriumolens
- Regelbare elektrische stoof met ventilatie.
- Waterbad
- Regelbare vacuümstoof
- Vochtdeesjes van voldoende diameter met bijpassens deksel.
- Exsiccator voorzien van een geschikt droogmiddel (b.v. blauw silicagel).
- Glazen staafjes van zodanige lengte dat ze schuin in het gesloten vochtdeesje kunnen geplaatst worden.

5. Hulpmiddelen

5.

- 1) Het zoutzuur voorbehandeld gegloeid zand.
- 2) Posforzuuranhydride of een ander geschikt droogmiddel.
- 3) Vast natriumhydroxide in schilferservan.

6. Uitvoeringen

6.

Naargelang de aard van de waar het monster drogen volgens een der hierna beschreven methodes :

a) Algemene methode

a)

Weeg tot op mg nauwkeurig 5 g van het bereid monster in een getarreerd vochtdoosje. Plaats dit geopend met het dekseltje ernaast in de elektrische droogstoof bij 97° - 103° C. Plaats na 4 uren drogen, het vochtdoosje, gesloten, in een exsiccator, laat afkoelen en weeg.

b) Bijzondere gevallen

b)

1) Voor vloeibare produkten

1)

Plaats een nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 25 g van het bereid monster in een getarreerd droogdoosje van aangepaste grootte; damp droog op het waterbad en handel vervolgens zoals aangeduid in de algemene methode (6.a.-tweede alinea).

2) Voor pastavormige en stroopachtige produkten

2)
teu

Plaats circa 5 g gegloeid zand in een droogdoosje van voldoende diameter. Weeg dit droogdoosje samen met het zand en een glazen mengstaafje schuin geplaatst in het gesloten doosje. Stel dit gewicht op A.

Weeg op 1 mg nauwkeurig circa 5 g van het bereid monster in het droogdoosje en meng dit, bij door middel van het staafje, met het zand. Vervolg zoals aangeduid in de algemene methode (6.a.-tweede alinea).

3) Voor neergeslagen dicalciumfosfaat en superfosfaat

3
p

Weeg op 1 mg nauwkeurig circa 2 g van het bereid monster in een getarreerd droogdoosje van ongeveer 7 cm diameter. Plaats het droogdoosje geopend in een vacuumstoof bij 50°C, naast een plat recipiënt bevattende een hoeveelheid fosforzuuranhydride of een ander geschikt droogmiddel (hulpstof 2), voldoende om het vrijkomend water vast te leggen. Verminder de druk tot ten hoogste 20 cm kwik. Plaats na 2 uren drogen het vocht doosje, gesloten, in een exsiccator, laat afkoelen en weeg.

4) Voor calciumsulfaat

4

Van deze waar dient ongeveer 5 g op 1mg nauwkeurig afgewogen, gedurende 4 uur gedroogd te worden bij 230° C. Bij deze werkwijze wordt al het kristalwater medebepaald.

5) Voor kaliumnitraat, natriumnitraat, ammoniumsulfaat, onlijnd beendermeel, zacht natuurfosfaat, magnesiumsulfaat, kieseriet.

5

Van deze waren dient ongeveer 5 g op 1 mg nauwkeurig afgewogen, gedurende 2 uur op 140° C gedroogd te worden. Bij deze werkwijze blijft bij kieseriet en magnesiumsulfaat nog 1 molecule kristalwater over.

6) Voor ammoniaknitraat (kalkammonsalpeter), ammoniaksulfonylmetaat, ureum en samengestelde meststoffen

6

Van deze waren wordt ongeveer 5 g, op 1 mg nauwkeurig afgewogen, gedurende 4 uur op 80° C boven calciumoxide in een vacuum van ten hoogste 10 cm kwikrestdruk gedroogd.

7) Voor stoffen die tijdens het drogen ammoniak kunnen verliezen (zoals b.v. diammoniumfosfaat), brengt men een correctie toe door het ammoniumstikstofverlies, omgerekend in NH₃ af te trekken van het oorspronkelijke gewichtsverlies, volgens de formule :

7

$$p = H - \left[a - b \left(\frac{100 - H}{100} \right) \right]$$

p = % vocht

H = % gewichtsverlies bij droging

a = % ammoniakale stikstof aanwezig in het oorspronkelijk produkt omgerekend in NH_3 (N x 1,216)

b = % ammoniakale stikstof, omgerekend in NH_3 , aanwezig in de droogrest

7. Opmerking

Bij gekristalliseerde produkten kan het gehalte aan vocht een deel van het kristalwater insluiten. In 't algemeen kan dit nagegaan worden door toepassing van de methode op een pro-analyse produkt.

8. Uitdrukking van het resultaat

a) In geval van rechtstreekse droging

$$p = \frac{100 (A - B)}{g}$$

p = % vocht ;

A = gewicht van het vochtdoosje met inhoud vóór de droging;

B = gewicht van het vochtdoosje met inhoud na de droging;

g = afgewogen hoeveelheid van het monster, uitgedrukt in gram.

b) In geval van voordroging

$$p' = x + p \left(\frac{100 - x}{100} \right)$$

p' = % vocht (totaal vocht van het monster);

x = % gewichtsverlies bij de voordroging ;

p = % resterend vocht in het residu van de voordroging.

Methode INL-Div-3 : Bepaling van de
fijnheid in de produkten, waarvoor
geen E.E.G.-methode is vastgesteld
of van de korrelgrootte

Méth
la f
pour
n'a

1. Principe

Een afgewogen hoeveelheid van de waar
op de voorgeschreven zeef (zeven)
zeven tot praktisch geen stof meer
passeert.

1. P
Tami
crit
multi
prat

2. Toepassinggebied

Voor alle waren voorkomende in de bij-
lage van de reglementering waarvoor de
bepaling van de fijnheid of de korrel-
grootte voorzien is, met uitsluiting
van de waren waarop de E.E.G.-methoden
7.1 en 7.2 van toepassing zijn.

2. M
Appl
runt
pour
fine
clus
méth

3. Bereiding van het monster bestemd
voor de bepaling van de fijnheid of
de korrelgrootte.

3. P
à la
culi

Het gehele monster (minstens 500 g)
wordt goed gemengd. Volgens de methode
der kwartieren of met een mechanische
verdeler (zie hoofdstuk I 4.2.) wordt
hiervan de nodige hoeveelheid genomen
die in een droog en hermetisch ge-
sloten recipiënt wordt bewaard.

J'éc
est
thod
divi
4.2.
néce
réci

4. Apparatuur

4. A

1. Schud- of trilsceftoestel

1. A
à

2. Ronde zeven van ongeveer 20 cm
diameter met opstaande rand van
5 cm en met de volgens de regle-
mentering voorgeschreven openingen
(vierkante mazen van x mm zijde
tussen de draden wanneer x kleiner
is dan 1 mm of ronde openingen van
x mm diameter wanneer x gelijk is
aan 1 mm of groter is dan 1 mm).

2. T
v
o
i
(
e
r
d
é

5. Uitvoering

5. T

De zeven en de bodem zodanig op het
sceftoestel plaatsen dat de zeven met
de grootste openingen bovenaan zitten.
Een representatief deel van circa 50g
van het monster (tussen 45 en 55 g),
mogelijk verkregen volgens de methode
der kwartieren of met een mechanische
verdeler, op de bovenste zeef plaatsen
(zie opmerking 2). Bij de bepaling van
de fijnheid gedurende 10 minuten en
bij de bepaling van de korrelgrootte
van gekorrelde meststoffen gedurende
1 minuut zeven en het gedeelte dat
zich op de bodem bevindt verzamelen.

Plac
reil
ouve
Plac
viro
till
sibl
ou n
sur
2).
la f
la d
grai
écar
fond

Het toestel daarna gedurende 1 minuut laten trillen (schudden). Pas-
 sert gedurende die tijd meer dan
 250 mg de zeven, dan dient de bewer-
 king herhaald te worden (telkens 1
 minuut). Afzonderlijk de zeefresten
 van de zeven afwegen.

Het zeven mag niet langer voortgezet
 worden dan voorzien om te vermijden
 dat deeltjes door schuren over de
 zeven zouden verrijnd worden.

Indien de openingen van de onderste
 zeef kleiner zijn dan 0,2 mm moet
 na 10 minuten zeven de onderzijde
 van de zeef afgeborsteld worden.

6. Uitdrukking van het resultaat

a) Fijnheid β op de zeef met
 grootste opening =

$$(P - P_1) \times \frac{100}{p}$$

b) Fijnheid β op de zeef met kleinere
 openingen =

$$(P - P_1 - P_2) \times \frac{100}{p}$$

c) Percentage korrels met een
 maat tussen a en b mm =

$$P_2 \times \frac{100}{p}$$

waarvan P = afgewogen gewicht

P_1 = gewicht van de zeefrest
 van de zeef met de groot-
 ste openingen

P_2 = gewicht van de zeefrest
 van de zeef met kleinere
 openingen.

Opmerkingen

1. Bij gebruik van zeven met open-
 ings van meer dan 10 mm, zal de
 diameter van de zeef 35 cm en de
 opstaande rand 5 cm bedragen. Het
 zeven dient dan met de hand te ge-
 schieden gedurende 30 seconden.
 Daarna brengt men de zeef met de
 stof in schuine stand en brengt
 door tikken tegen de opstaande
 wand de stof naar een kant.

Vervolgens wordt de stof op dezelfde wijze zodanig naar de tegenovergestelde kant gebracht, dat de zeefrest het middenvlak passeert.

2. Wanneer het monster grove delen bevat, zodat het niet mogelijk is hiervan een representatief deel van circa 50 g af te zonderen wordt het gehele monster met de hand geseefd over een zeef met openingen van bij voorbeeld 5 mm diameter. De grove delen worden afgezonderd en gewogen en de resultaten van de verdere analyse worden vermenigvuldigd met de factor $\frac{p - q}{p}$

waarin p = het gewicht van het gehele monster ;

q = het gewicht van de grove delen.

Methode DMI-Div-4 : Bepaling van kooldioxyde

1. Principe

Het volume kooldioxide-gas, ontwikkeld door de reactie van zoutzuur met carbonaten aanwezig in de waar, wordt vergeleken met dat, verkregen onder dezelfde omstandigheden, uit een bekende hoeveelheid calcium-carbonaat p.a.

2. Toepassingsgebied

Voor alle waren die calcium en/of magnesiumcarbonaten bevatten.

3. Bereiding van het analysemonster

Naargelang de aard van de waar het analysemonster bereiden volgens een der hierna beschreven methoden:

a) Algemene methode

Het monster zeven door een zeef met openingen van 1 mm; het residu fijn maken totdat het volledig door de zeef gaat. Indien kalium en/of magnesiumzouten aanwezig zijn, dient het monster aanmerkelijk fijner gemalen te worden, zo mogelijk tot de stof de zeef van 0,5 mm kan passeren. Na deze beide bewerkingen het monster zeer zorgvuldig mengen en in een droog hermetisch gesloten flesje bewaren.

Het is nodig deze bewerkingen met de gepaste snelheid uit te voeren ten einde alle verlies of opslorping van stoffen te voorkomen.

b) Bijzondere gevallen

(1) Voor vloeibare, stroopachtige en pastavormige produkten : het analysemonster zorgvuldig homogeen maken door roeren of schudden.

(2) Voor vochtige produkten die tijdens de bereiding van het analysemonster vocht kunnen verliezen wordt een voordroging toegepast als volgt:

een nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 100 g van het goed gemengd monster of een veelvoud daarvan op een getarreerde glazen, porseleinen of metalen schaal in een dunne laag uitspreiden, in een droogstoof op 70° C drogen tot het grootste deel van het vocht verwijderd is. De schaal uit de stoof nemen en een paar uren aan de lucht laten afkoelen. Weegen. Het gedroogd residu bereiden volgens de algemene methode beschreven in a).

(3) Voor vochtige produkten die tijdens de bereiding van het analysemonster vocht kunnen verliezen en tevens kool-dioxide kunnen opnemen, de voordroging als volgt uitvoeren :

een nauwkeurig afgewogen hoeveelheid van circa 100 g van het goed gemengd monster of een veelvoud daarvan in een dunne laag op een getarreerde glazen, metalen of porseleinen schaal uitspreiden. In een exsiccator plaatsen met toepassing van vast natriumhydroxide als droogmiddel tot het grootste deel van het vocht verwijderd is. De schaal met de stof uit de exsiccator nemen en weegen. Het gedroogd residu bereiden volgens de algemene methode, beschreven in a).

(4) De hygroscopische produkten worden niet gemalen.

4. Apparatuur

Toestel volgens Scheibler-Dietrich (zie schets) of een gelijkwaardig toestel.

5. Reagentia

(1) Gedestilleerd of gedemineraliseerd water, vrij van kooldioxide;

(2) Zoutzuur $d = 1,10$

(3) Calciumcarbonaat p.a. ;

(4) Zwavelzuur circa 0,1 n gekleurd met methylroodoplossing (reagens 5);

(5) Methylroodoplossing : 0,1 g methylrood oplossen in 50 ml éthanol 95 % en aanlengen met water tot 100 ml.

6. Uitvoering bij toepassing van het toestel volgens Scheibler-Dietrich.

Een hoeveelheid analysemateriaal afwegen in verhouding tot het gehalte aan gebonden kooldioxide :

0,5 g voor waren met meer dan 22% CO_2 ;

1g voor waren met 5 tot 22 % CO_2 ;

2,5 g voor waren met minder dan 5 % CO_2 .

In de reactiefles (4) de afgewogen hoeveelheid analysemateriaal brengen en het buisje (6), voorzien van 10 ml zoutzuur (reagens 2), er voorzichtig in plaatsen. De driewegkraan (5) in de richting meetbuis (1) - buitenlucht draaien. Door de beweegbare buis (2) op of naar beneden bewegen het peil van de vloeistof (reagens 4) op de stand nul brengen. De driewegkraan in de richting buis (3) - buitenlucht draaien en de reactiefles (4) verbinden met het toestel. Nu de driewegkraan in de richting reactieflesmeetbuis draaien en controleren of het peil der vloeistof zich nog op stand nul bevindt. Vervolgens voorzichtig het zoutzuur (reagens 2) op de stof laten vloeien door de reactiefles te kantelen. Tijdens de ontwikkeling van het kooldioxide, met behulp van de beweegbare buis (2) steeds het peil van de vloeistof in de buizen (1) en (2) op gelijke hoogte houden. De reactiefles schudden tot volledige vrijmaking van het kooldioxide. Wanneer het gasvolume constant blijft, nog vijf minuten wachten en dan het gasvolume aflezen na vooraf het peil der vloeistof in buizen (1) en (2) op precies gelijke hoogte gebracht te hebben.

Het voorschrift onder dezelfde omstandigheden - (temperatuur en druk) uitvoeren met 0,5 g calciumcarbonaat p.a. (reagens 3).

Opmerkingen :

a) Wanneer men de bepaling uitvoert op 2,5 g stof, moet men deze in de reaktiefles eerst vermengen met 15 ml gedestilleerd water (reagens 1). Ook voor de bepaling met calciumcarbonaat p.a. zal men dan 15 ml water toevoegen.

b) Indien men een toestel gebruikt met een meetbuis van een ander volume, dient men de afgewogen hoeveelheden van het analyse materiaal en van het calciumcarbonaat p.a. aan te passen, en dienovereenkomstig ook de berekeningen.

7. Berekening van het resultaat

1) Gehalte aan CO₂ in het ingewogen analysemateriaal = C

$$C = \frac{50 V}{2,274 \times T \times P}$$

V = volume kooldioxidegas, uitgedrukt in milliliters, ontwikkeld uit P gram analysemateriaal ;

T = volume kooldioxidegas, uitgedrukt in milliliters, ontwikkeld uit 0,5 g CaCO₃ p.a. onder dezelfde omstandigheden ;

P = hoeveelheid ingewogen analyse materiaal, uitgedrukt in gram.

2) Gehalte aan CO₂ in de oorspronkelijke stof = C₁

Bij voordroging, het gehalte aan kooldioxide in de stof als zodanig als volgt berekenen :

$$C_1 = \frac{C \times (100 - V_1)}{100}$$

V_1 = % gewichtsverlies bij de voordroging.

3) Gehalte aan CO_2 in de droge stof = C_2

a) indien men werkt met de stof als zodanig :

$$C_2 = \frac{C \times 100}{100 - V_2}$$

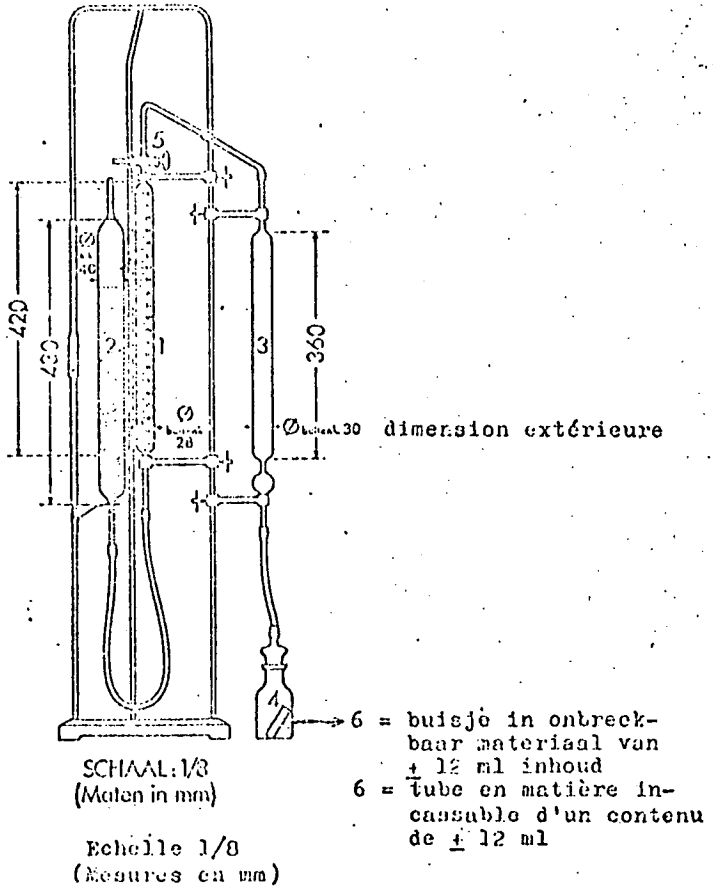
V_2 = % vocht van het monster

b) Bij voordroging :

$$C_2 = \frac{C \times 100}{100 - V_3}$$

V_3 = % resterend vocht in de voordroogde waar.

APPAREILLAGE SELON SCHEIBLER-DIETRICH
POUR LA DETERMINATION DU CO₂
TOESTEL NAAR SCHEIBLER-DIETRICH VOOR
BEPALING VAN CO₂



2de reeks methoden : Onderzoek van
veen, turfstrooisel en tuinturf

Methode RNL-Div-5-a : Bepaling van
vocht van veen, turfstrooisel en
tuinturf

De methoden A in één trap of B in
twee trappen mogen naar keuze ge-
bruikt worden :

1. Bepaling in een trap

Principe

Het gewichtsverlies verkregen door
het drogen van de stof bij $100^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ}$, wordt aangemerkt als vocht.

Analysemateriaal

Een hoeveelheid monster van tenminste
300 ml, indien nodig verkruimeld,
wordt goed gemengd en bewaard in
een hermetisch gesloten verpakking

Apparatuur

Een droogstoof met automatische tem-
peratuurregeling en met temperatuur-
meetinrichting, een goede luchtcir-
culatie en afvoer van waterdamp.

Schalen in roestvrij materiaal met
een diameter van 50-100 mm.

Uitvoering

Weeg bij turfstrooisel ca 10g, bij
alle andere veensoorten minstens
25 g stof af in een getarreerde schaal

Plaats deze in een droogstoof bij
 $100^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ}$ gedurende ten minste
15 en ten hoogste 24 uur.

Weeg terug na afkoeling in een
exsiccator. Alle wegingen op 0,02g
nauwkeurig uitvoeren.

Berekening

Het vochtgehalte V_t in percent wordt
als volgt berekend :

$$V_t = \frac{a - b}{a} \cdot 100$$

waarin a = aantal grammen ingewogen stof;

b = aantal grammen teruggewogen droge stof.

Opmerking

Het resultaat moet op 0,1 percent worden afgerond.

2. Bepaling in twee trappen

Principe

Het monster wordt eerst bij $40-45^{\circ} \text{C}$ gedroogd tot z.g. "luchtdroog". Vervolgens wordt een deel verder gedroogd bij $100^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ}$.

Apparatuur

Een droogstoof als voren.

Platte rechthoekige schalen van aluminiumblik, lengte ± 35 cm, breedte ± 25 cm en hoogte ± 5 cm.

Glazen of metalen weegdoosjes.

Uitvoering

a. Ongeveer 1,5 liter van het monster (bij sterk verteerd en nog zeer nat veen moet meer worden genomen) wordt regelmatig verdeeld over een (of eventueel 2) getarreerde aluminium scha(a)l(en) en gewogen. Het gedeelte van het monster bestemd voor de bepaling van watercapaciteit wordt vooraf verkruimeld met gebruik van een zeefgaas van circa 5 mm. De overslag wordt gelijkmatig over het verkruimeld monster verdeeld, na verkleining (hakselen, knippen uit elkaar pluizen). De schalen met inhoud worden een nacht in de droogstoof geplaatst bij $40-45^{\circ} \text{C}$. Daarna worden de schalen een dag (circa 24 u) lang buiten de stoof geplaatst en tenslotte gewogen. Beide wegingen op 0,2 g nauwkeurig uitvoeren.

b. Een hoeveelheid van tenminste 5 g "luchtdroog" materiaal wordt gemalen tot het een zeef met maaswijdte van 0,3 mm passeert. Van het gemalen luchtdroge monster wordt 2-4 g in een weegdoosje ingewogen, 4 uur in de droogstoof bij $100^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ}$ gedroogd en, na afkoelen in een exsiccator, gewogen. Beide wegingen op 0,5 mg nauwkeurig uitvoeren.

Berekening

a. Het bij 40° ontweken water V_v bedraagt in procent :

$$V_v = \frac{c - d}{c} \cdot 100$$

waarin c = aantal grammen ingewogen stof;

d = aantal grammen terug gewogen "luchtdroge" stof.

b. Het vocht in het "luchtdroge" monster V_{1d} bedraagt in procenten :

$$V_{1d} = \frac{e - f}{e} \cdot 100$$

waarin e = aantal grammen ingewogen "luchtdroge" stof ;

f = aantal grammen terug gewogen droge stof.

Uit V_v en V_{1d} is het totaal vochtgehalte V_t in procenten berekend volgens de formule :

$$V_t = \frac{(100 - V_v) \cdot V_{1d} + V_v}{100}$$

Opmerkingen

1. De vochtbepaling in het "luchtdroge" monster wordt tenminste in duplo uitgevoerd. V_{1d} ligt gewoonlijk tussen 9 en 13 % .

2. Het gemalen "luchtdroge" materiaal dient tevens voor de bepaling van het gloeiverlies (b) en van de verteringsgraad (c) en dient dus in hermetisch gesloten verpakking te worden bewaard.

3. Het niet gemalen deel van het monster dient voor de bepaling van de botanische analyse en de bepaling van de fijnheid. Hiertoe dient dit materiaal in hermetisch gesloten verpakking te worden bewaard. Voor de bepaling van de watercapaciteit mag V_{1d} niet groter zijn dan 15 %.

4. Het resultaat moet op 0,1 percent worden afgerond.

Methode DHI-Div-5-b : Bepaling van de organische stof van veen, turfstrooisel en tuinturf

Principe

De stof wordt bij een temperatuur van $900^{\circ} \text{C} \pm 25^{\circ}$ gegloeid. Het percentage gloeiverlies van de droge stof, bij veen eventueel gecorrigeerd voor wa uit slib en CO_2 uit carbonaten, wordt gelijkgesteld aan het gehalte aan organische stof van de droge stof.

Analysemateriaal

"Luchtdroog" gemalen materiaal dat zeef met maaswijdte 0,3 mm kan pass (zie onder vocht "in twee trappen")

Apparatuur

Een elektrische verwitte moffeloven met automatische temperatuurregeling en temperatuur-moetinrichting.

Porseleinen gloeischaaftjes, rechthoekig met een lengte van ± 5 cm en een breedte van ± 4 cm, of rond met een diameter van ± 5 cm.

Uitvoering

In een vooraf gegloeid en gewogen gloeischaaftje wordt 2-3 g stof op 1 mg nauwkeurig ingewogen en in de koude moffeloven geplaatst. De oven wordt op temperatuur gebracht en gedurende 2 uur op $900^{\circ} \text{C} \pm 25^{\circ}$ gehouden (Als het monster in de hete oven wordt geplaatst is een voorverassing noodzakelijk). Na gedeeltelijke afkoeling wordt de afvoerpijp van de oven gesloten; eerst daarna wordt de deur geopend en het schaaftje in een exsiccator overgebracht. Na afkoeling terug wegen. De verassing is volledig als zich geen zwarte deeltjes meer in het residu bevinden.

Berekening

Percent organische stof in de droge stof = percent gloeiverlies in de droge stof = a.

$$a = \frac{g \left(\frac{100 - V_{1d}}{100} \right) - h}{g \left(\frac{100 - V_{1d}}{100} \right)} \cdot 100$$

waarin g = mg ingewogen "luchtdroog" materiaal;

h = mg residu na gloeien ;

V_{1d} = vochtgehalte "luchtdroog" materiaal.

Bij slibhoudend veen

% organische stof in de droge stof = % gloeiverlies - 0,06 maal het percent der minerale delen < 16 μ in de droge stof (bepaling : zie Bijlage 1).

Indien het veen kalkhoudend is moet bovendien worden gecorrigeerd voor CO₂ uit carbonaten. Met de mogelijkheid van aanwezigheid van kalk moet rekening worden gehouden indien de pH (zie d) hoger is dan 6,0.

Opmerking.

Het resultaat moet op 0,1 percent worden afgerond.

Methoda BHI-Div-5-c ; Bepaling van de verteringsgraad van veen, turfstrooisel en tuinturf

Principe

De r-waarde geeft aan het percentage van de organische stof dat niet bij hydrolyse met zwavelzuur in oplossing gaat. Aangezien gedurende de veenvorming de niet-hydrolyseerbare stoffen verhoudingsgewijs toenemen, kan de r-waarde als maat voor de verteringsgraad dienen.

Analysemateriaal

"Luchtdroog" gemalen materiaal, dat een zeef met maaswijdte 0,3 mm kan passeren (zie onder vocht " in twee trappen").

W

Apparatuur

Bekerglaasjes van 50 ml, laag model, voorzien van horlogeglasjes en passende (korte) roerstaafjes.

Platbodemkolven 750 ml.

Terugvloeikoelers.

Porceleinen filterkroezen A2.

Reagentia

72 % zwavelzuur (d = 1,635)

Uitvoering

Ongeveer 1g stof wordt op 0,2 mg nauwkeurig in een bekerglaasje ingewogen. Onder roeren worden geleidelijk 10 ml zwavelzuur 72 % (d = 1,635) toegevoegd. Het roeren wordt voortgezet tot volledige homogenisatie. Elk kwartier wordt omgeroerd. Na 3 uur wordt het mengsel in een kolf met platte bodem van 750 ml overgespoeld. Na aanvullen met water tot 400 ml wordt gedurende 5 uur zacht gekookt aan een terugvloeikoeler. De kolf moet af en toe omgezwinkt worden om kleine deeltjes aan de wand te verwijderen. De volgende morgen wordt de bovenstaande heldere vloeistof door een porceleinen

filterkroes A2 gezogen en tenslotte het residu daarin overgespoeld en met water gewassen tot sulfaatvrij.

De kroes wordt gedurende 4 uur gedroogd bij $100^{\circ} \text{C} \pm 3^{\circ}$ en na afkoelen gewogen (K gram). Daarop wordt het kroesje met residu in de koude moffeloven geplaatst en gegloeid (2 uur op $900^{\circ} \text{C} \pm 24^{\circ}$). Na afkoelen tweede weging (L gram).

Berekening

De verteringsgraad r wordt als volgt berekend :

$$r = \frac{(K - L) \cdot 10^6}{i (100 - V_{1d}) \cdot a}$$

waarin i = grammen ingewogen stof ;

K - L = aantal grammen gloeiverlies van het residu;

V_{1d} = vochtgehalte van het ingewogen "luchtdroge" veen;

a = percent gloeiverlies van het droge uitgangsmateriaal, eventueel gecorrigeerd voor CO_2 uit carbonaten (zie b).

Opmerking

Het resultaat moet op 0,5 % worden afgerond.

Methode BML-Div-5-d-e-f : Bepaling van de pH, gloeirant van het water-extract en chloor van veen, turf-strooisel en tuinturf

Principe

De pH van de stof wordt met een pH-meter en bijbehorende elektroden gemeten. De hoeveelheid in water oplosbare minerale bestanddelen wordt berekend uit het geleidingsvermogen van een waterig extract. Het percentage chloor (in de vorm van Cl⁻) wordt in dit extract bepaald door titratie.

Analysemateriaal

Ongeveer 0,5 l goed homogeen gemaakt materiaal van het uitgangsmonster.

Apparatuur voor d en e :

Schudmachine of roteerapparaat.

Een geleidbaarheidsmeter (Principe: brug van Wheatstone) met geschikte meetcel.

pH-meter met een glas- en een calomel-elektrode.

Erlenmeyerkolven van 500 ml.

Uitvoering

Aan een 10 g droge stof bevattende hoeveelheid van het monster wordt in een erlenmeyerkolf van 500 ml zoveel gedestilleerd water toegevoegd dat inclusief het vocht in het monster 250 ml water aanwezig is.

De in te wegen hoeveelheid wordt al volgt berekend :

$$i = \frac{1000}{100 - V_t} \text{ gram}$$

De toe te voegen hoeveelheid water is dan $W = 250 - \frac{10 \cdot V_t}{100 - V_t}$

waarin V_t = vochtgehalte van het analysemateriaal.

het monster wordt op 0,1 g nauwkeurig ingewogen, het water op 2 ml nauwkeurig toegevoegd.

In de schudmachine of het roteerapparaat wordt 1 uur krachtig geschud. Ongeveer 50 ml van het extract wordt afgefiltreerd (p.a. filterpapier) voor de bepaling van gloeirest waterextract en chloor.

d. pH : In de rest van de suspensie wordt de pH elektronisch gemeten. De uit een duplo verkregen gemiddelde waarde wordt op 0,1 pH afgerond.

e. Gloeirest waterextract :

In het verkregen filtraat wordt het specifieke geleidingsvermogen gemeten bij een temperatuur die afgelezen wordt op 0,1° C nauwkeurig.

Berekening

Het specifiek geleidingsvermogen bij 10°C = $K_{18} = \frac{S_t}{c \times R_t \times 10^4}$

waarin :

S_t = correctiefactor voor temperatuur (zie bijlage 2);

c = celconstante van de gebruikte meetcel (= aan een tabel te onlenen specifieke weerstand van een 0,0200n KCl (p.a.)-oplossing in zuiver gedestilleerd water, gedeeld door de bij gebruik van de meetcel gemeten weerstand van deze oplossing bij dezelfde temperatuur plus of min 0,1°C);

R_t = gemeten elektrische weerstand in Ohms.

Voor de gevonden waarden van K_{18} wordt met behulp van grafieken (zie bijlagen 3 en 4) het bijbehorende \bar{S} gloeirest in de droge stof opgezocht.

Aangezien deze grafieken zijn gebaseerd op de schudverhouding

1 + 5 moet de gevonden waarde nog met de factor 5 worden vermenigvuldigd.

f. Chloor :

Het percentage chloor wordt biamperometrisch bepaald (volgens de "Deadstop methode").

Apparatuur

Potentiometer met mogelijkheid voor biamperometrie;

2 Ag-AgCl elektroden verenigd in één unit waarin de elektroden zich zo dicht mogelijk in elkaars nabijheid bevinden zonder elkaar te raken;

Magnetische roerder.

Reagentia

Zilvernitraatoplossing : 0,1 - 0,01 - 0,001 n.

Uitvoering

Pipetteer een bepaalde hoeveelheid van het extract in een wijdhals erlenmeyerkolf van 200 ml, dompel de elektroden in de oplossing, eventueel zoveel water toevoegend dat de elektroden zijn ondergedompeld. Roerstaafje inbrengen en deze met behulp van de magnetische roerder zo snel laten draaien dat juist geen luchtballen in de vloeistof worden getrokken.

Zilvernitraat-oplossing uit een buret toedruppelen tot de langzaam oplopend wijzer van de potentiometer plotseling terugvalt. Buret aflezen. Elektroden en erlenmeyer spoelen met gedestilleerd water.

Opmerkingen

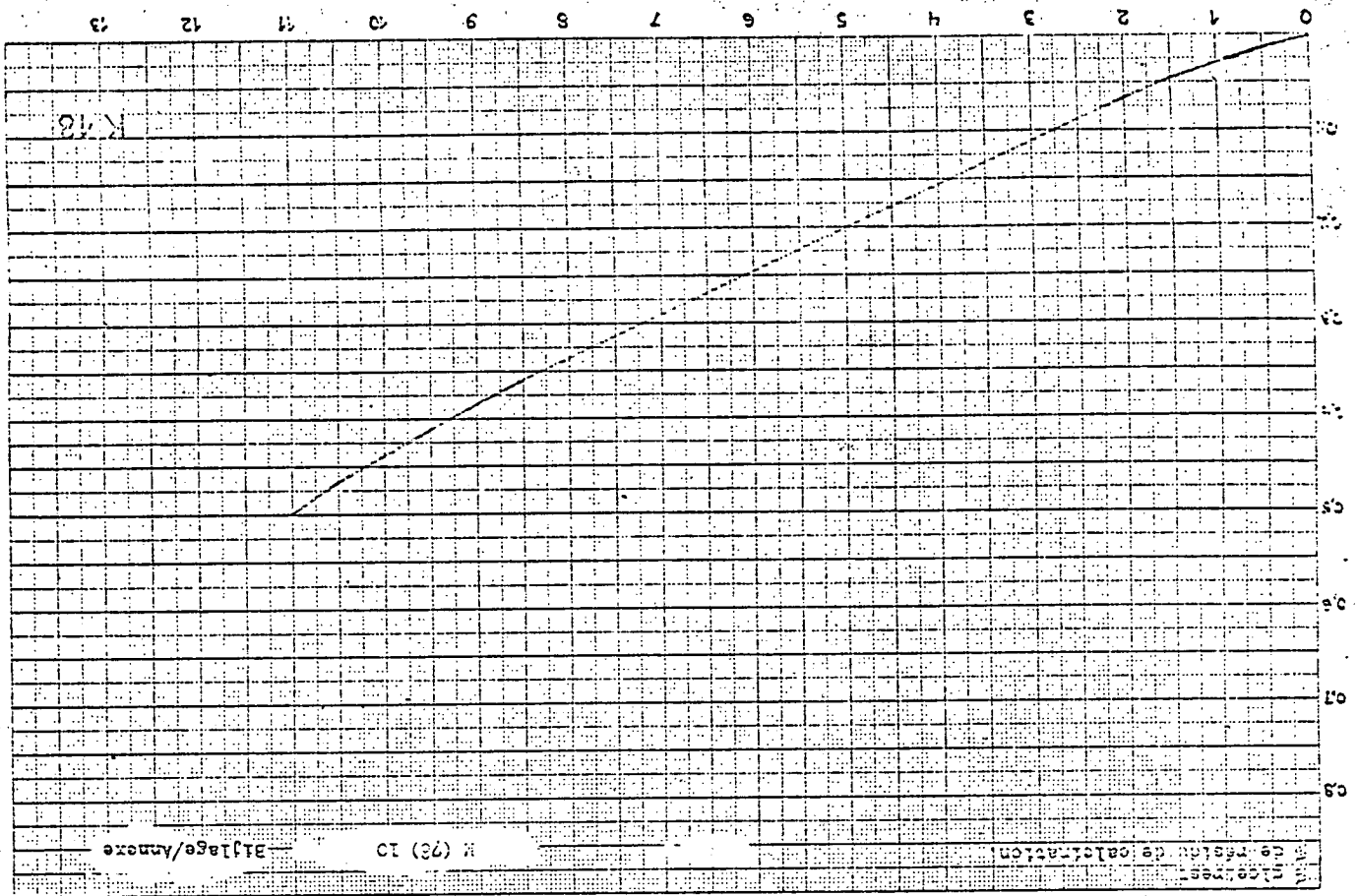
Het Cl-gehalte van het extract is bepalend voor de keuze van de concentratie van de AgNO_3 -oplossing. Er moet nl. niet meer AgNO_3 -oplossing worden toegevoegd dan ongeveer 5 à 10 ml.

Er mag geen coagulaat van AgCl ontstaan dat kortsluiting kan geven. In dit geval moet de te titreren oplossing worden verdund.

Indien het waterextract alkalisch reageert dient vóór de titratie te worden aangezuurd met salpeterzuur tot zwak zure reactie.

Temperatuurfactor volgens H. PLYSSNER voor geleidingsverpogen
(Arch. Wiss. Gesundh. Nat. 20 (1909), 521) - ontwerpno. V 1056
Facteur de température (selon PLYSSNER) pour la conductibilité

0	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
0	1,706	1,700	1,694	1,687	1,681	1,674	1,668	1,661	1,655	1,648
1	1,342	1,636	1,630	1,624	1,618	1,612	1,606	1,600	1,594	1,588
2	1,582	1,576	1,570	1,565	1,559	1,554	1,548	1,543	1,538	1,532
3	1,527	1,521	1,516	1,511	1,505	1,500	1,495	1,490	1,485	1,480
4	1,475	1,470	1,465	1,460	1,455	1,450	1,445	1,441	1,436	1,431
5	1,427	1,422	1,417	1,413	1,408	1,403	1,399	1,395	1,390	1,385
6	1,381	1,377	1,372	1,368	1,364	1,360	1,355	1,351	1,347	1,343
7	1,339	1,335	1,330	1,326	1,322	1,318	1,314	1,310	1,307	1,303
8	1,299	1,295	1,291	1,287	1,284	1,280	1,276	1,272	1,269	1,265
9	1,261	1,257	1,254	1,250	1,247	1,243	1,239	1,236	1,232	1,229
10	1,225	1,222	1,219	1,216	1,212	1,209	1,205	1,202	1,199	1,195
11	1,192	1,189	1,186	1,183	1,179	1,176	1,173	1,169	1,166	1,163
12	1,160	1,157	1,154	1,151	1,148	1,145	1,142	1,139	1,136	1,133
13	1,130	1,127	1,124	1,121	1,118	1,115	1,112	1,109	1,106	1,104
14	1,101	1,098	1,095	1,093	1,090	1,088	1,085	1,082	1,080	1,077
15	1,074	1,071	1,068	1,066	1,063	1,061	1,058	1,055	1,053	1,050
16	1,048	1,045	1,043	1,040	1,038	1,036	1,033	1,031	1,028	1,026
17	1,024	1,021	1,019	1,016	1,014	1,012	1,009	1,007	1,004	1,002
18	1,000	0,999	0,996	0,993	0,991	0,989	0,987	0,985	0,982	0,980
19	0,978	0,976	0,974	0,971	0,969	0,967	0,965	0,963	0,960	0,958
20	0,956	0,954	0,952	0,950	0,948	0,946	0,944	0,942	0,940	0,938
21	0,936	0,934	0,932	0,930	0,928	0,926	0,924	0,922	0,920	0,918
22	0,915	0,914	0,912	0,910	0,908	0,906	0,904	0,902	0,900	0,899
23	0,897	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



K 18

5. Calculations
de résidu de calcination
Blage/Amore
N (78) 10

M (76) 10

Bijlage/Annexe

gloelrest

de résidu de calcination

2.0

1.5

1.0

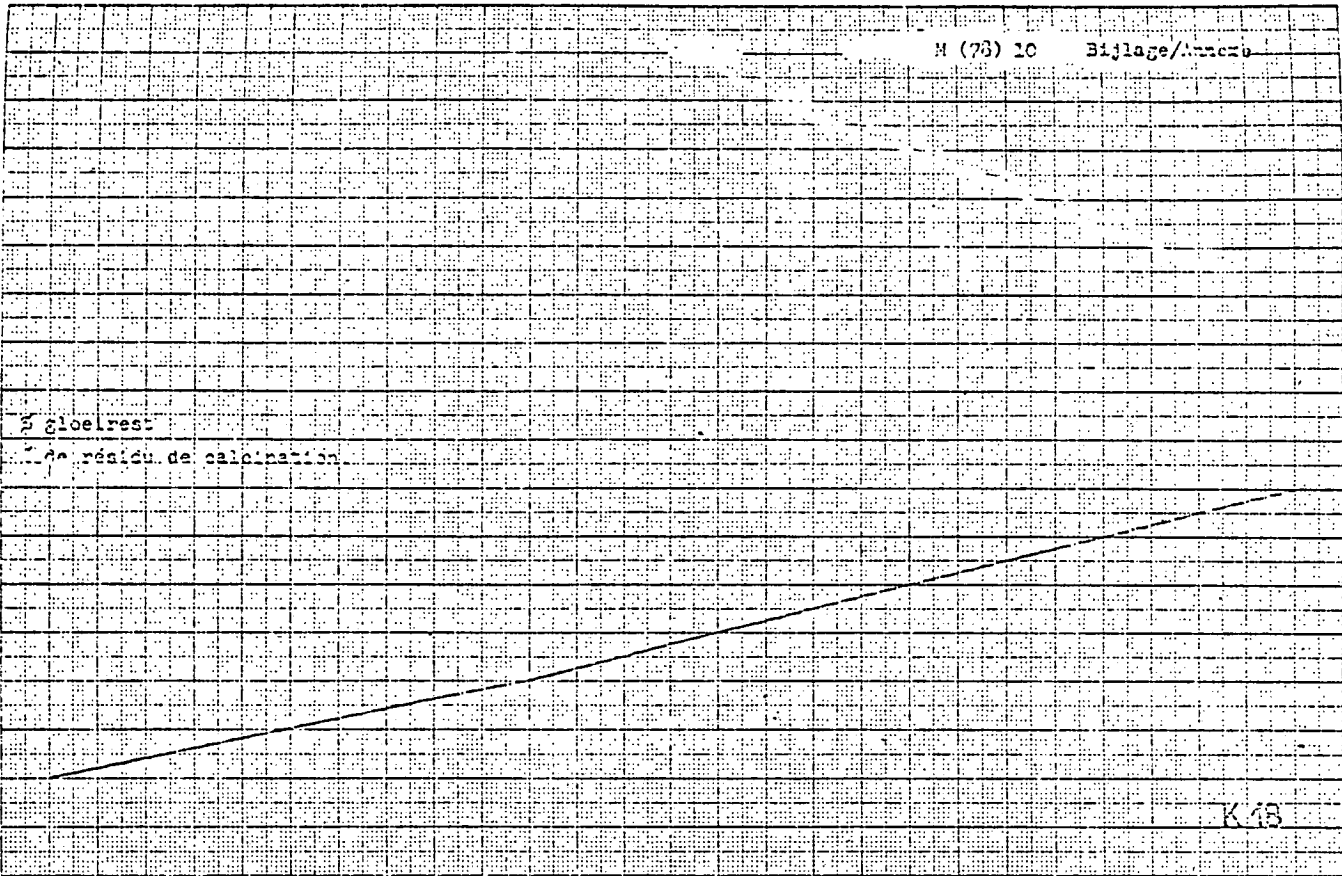
0.5

0

10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37

$S \times 10^4$

K 18



Methode BII-Div-5-g : Bepaling van de watercapaciteit van veen, turfstrooisel en tuinturf

Principe

Het monster wordt in vacuüm verzadigd met water. Na een bepaalde tijd uitlekken bij een gemiddelde pF-waarde van 1,0 wordt de hoeveelheid in het monster aanwezige water door weging bepaald.

Apparatuur (zie schema)

Afzuigpot volgens Witt (hoogte 22,5 cm en 15 cm diameter), waarvan de tubus in het deksel is voorzien van een draaibare Z-vormige buis voor de watertoevoer :

Cylindrisch vat 19 cm hoog en in de afzuigpot passend;

Luchtinlaat in het afzuigstelsel;

Afzuigpomp met manometer;

Plastic buizen van hetzelfde gewicht, lengte ongeveer 20 cm ϕ 4 cm, aan het ene einde met fijnmazig nylon afgesloten (waartoe aan de buizen een kleine "kraag" is aangebracht);

Gewichten van 200 g en diameter 38 mm (gemakkelijk te gieten van lood).

De apparatuur voor uitlekken bestaat uit de volgende delen : platte schaal met regeling voor constant waterniveau; geperforeerde vlakke plaat (bv. 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.

Analysemateriaal

"Luchtdroog materiaal" verkregen als beschreven in DIV.05-a-2 onder a. Het V_{1d} mag niet hoger zijn dan 15 %

Uitvoering

De plastic buizen worden in water gedempeld en gewogen nadat men deze 15 min. heeft laten uitlekken op de daartoe bestemde apparatuur (fig. 2) (n gram). Dan worden de buizen met het te onderzoeken veenprodukt gevuld in porties van ± 20 ml (ongeveer $1/10$ deel van de totale inhoud). Telkens na de inbreng van één portie laat men de buis van een hoogte van 5 en 5 maal loodrecht op een houten ondergrond vallen. De totale hoogte van de valving moet na belasting met het gewicht van 200 g 17 cm bedragen. De buizen worden nu (zonder de gewichten) gewogen (n gram). De gewichten van de diplo's mogen niet meer dan 10 g uiteenliggen, anders moeten de buizen opnieuw gevuld worden (Dit treedt allen op bij monsters die sterk ontmengen en waarbij onvoldoende zorg is besteed aan het vullen van de buizen).

Daarna worden de buizen, voorzien van het gewicht, in een kring in het zich in de afzuigpot bevindende vat geplaatst, dat met water wordt gevuld tot ongeveer 2 cm boven het oppervlak van het monster in de buizen (fig. 1).

De afzuigpot wordt tot op 30 mm Hg geëvacueerd. Deze onderdruk moet binnen een half uur worden bereikt en gedurende 15 minuten worden gehandhaafd. Ingeval boven het monster in de plasticbuis geen water staat laat men het er met behulp van de draaibare buis in vloeien. Wanneer het waterpeil binnen en buiten de buis even hoog is wordt door voorzichtig openen van de inlaat, lucht in de afzuigpot toegelaten, waarbij het water in de buizen daalt. Via de draaibare buis wordt dan opnieuw water aangevuld. Door afwisselend toelaten van lucht en water wordt het vacuüm langzaamhand geheel opgeheven. Er moet voorzorgzaam worden dat gedurende deze behandeling het oppervlak van het monster steeds onder water blijft; anders moet opnieuw worden geëvacueerd.

De gewichten mogen nu worden verwijderd om te worden gebruikt voor een volgende charge, maar de buizen blijven nog 1 etmaal (ongeveer 24 u.) in het water staan.

Daarna worden ze uit het water genomen, 15 minuten lang op de apparatuur voor uitlekken geplaatst en tenslotte gewogen (p gram).

Berekening

De watercapaciteit in g water per 100 g droge stof wordt verkregen uit :

$$w. \text{ cap.} = \frac{10.000 (p-m)}{(n-m)(100 - V_{1d})} - 100$$

waarin m = gewicht van de lege buis

n = gewicht van de buis gevuld met "luchtdroog" monstermateriaal;

p = gewicht van de buis met monstermateriaal verzadigd met water;

V_{1d} = vochtgehalte van het "luchtdroge" monster.

Opmerking

Het resultaat wordt afgerond op tientallen.

Appareil pour la détermination de la capacité d'absorption d'eau

Apparatuur voor het uitlijken

Appareillage pour la détermination de la capacité d'absorption d'eau

Appareillage pour l'égouttement

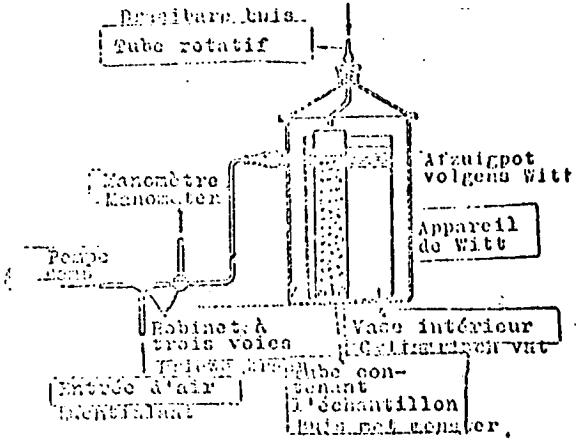


Fig. 1

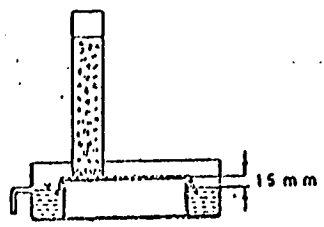


Fig. 2

Bijlage :

BEPAALING VAN DE MINERALE FRACTIE
KLEINER DAN 16 MICRONS ($< 16 \mu$)
VOLGENS DE PIPETMETHODE.

1. Principe

Uit een waterige suspensie van een achtereenvolgens met H_2O_2 en een peptisator behandelde "bepaalde hoeveelheid van het monster wordt, na 15 minuten binnenvan, van een voorgeschreven diepte een bepaalde hoeveelheid opgezogen, ingedampt tot droog en gegloeid.

Bij de gloeirest, gecorrigeerd voor de toegevoegde peptisator en voor gebonden water dat tijdens het gloeien is ontrokken, wordt de fractie minerale delen $< 16 \mu$ berekend.

2. Toepassingsgebied

Veen en potgrond

3. Analysemateriaal

"Inchdeeg" monstermateriaal als voor de bepaling van de watercapaciteit bij veen (zie daar onder DIV.05a.2.a.).

4. Apparatuur

Bekerglazen met een hoogte van ± 13 cm en een diameter van ± 10 cm, waarop bij 800 ml een merkstreep is aangebracht. Gelijke pipet van 50 ml.

Schadeylinders van 1,1 liter met rubberstop waarop bij 1 liter een merkstreep is aangebracht; hoogte ± 40 cm, inwendige diameter 6 cm.

Porseleinen indampschalmpjes van 30 ml, 35 mm hoog, diameter 60 mm.

Hard penseel voor het reinigen der bekerglazen.

Thermometer, op $0,5^\circ C$ nauwkeurig af te lezen.

Chronometer.

Pipet van 20 ml volgens tekening of gelijkaardige pipet (zie opmerking:

pipet gelijkt met gedemineraliseerd water), stevig bevestigd aan een statief met een etalé dat de pipet op $0,1$ cm nauwkeurig verticaal over een afstel van ca 10 cm soepel verasteld kan worden.

5. Reagentia

1) Waterstofperoxyde : 30 tot 40 %
 H_2O_2 chemisch zuiver

2) Zoutzuur circa 1 n : 250 ml geconcentreerd HCl mengen met 3 liter gedemineraliseerd water.

3) Peptisator : een oplossing van 26,77 g natriumpyrofosfaat ($Na_4P_2O_7 \cdot 10H_2O$) in 1 liter water.

6. Uitvoering

a. Voorbehandeling

20 gr luchtdroog materiaal wordt nauwkeurig afgewogen en kwantitatief overgebracht in een der bekers van 800 ml; hieraan wordt 25 ml H_2O_2 (reagens 1) toegevoegd, waarbij een zeer hevige reactie kan optreden onder zeer veel schuimontwikkeling; door plaatsen in een bad met koud water en voorzichtig neerspuiten van het schuim met wat gedemineraliseerd water kan overschuimen worden voorkomen. Wanneer de H_2O_2 is uitgewerkt wordt opnieuw 25 ml toegevoegd, waarbij opnieuw zeer veel schuimontwikkeling kan optreden; na het uitwerken hiervan wordt de laatste 25 ml H_2O_2 toegevoegd.

Na een nacht staan, bij voorkeur in een bad met koud water wordt gedemineraliseerd water toegevoegd tot een totaalvolume van + 125 ml en gedurende ongeveer 5 minuten gekookt. Daarna wordt zoveel 1 n HCl (reagens 2) toegevoegd als nodig is voor de neutralisatie van eventueel aanwezig $CaCO_3$ in het monster (voor ieder % $CaCO_3$ 4 ml 1 n HCl) + 25 ml overmaat. Vervolgens wordt met gedemineraliseerd water verdund tot 400 ml en gedurende 15 minuten gekookt. Daarna wordt de wand van het bekersglas 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
perchlor (reagens 3) toegevoegd en
goed geroerd. De suspensie wordt ver-
rijkt tot 100 ml, ten voor 5 minuten op
lichte gerustheid gehouden en na enig
afkoelel kwantitatief overgespoeld
in een schadelijner, waarbij het
reagens voor vóór schoon gemaakt
met een pangeel. De suspensie wordt
in 2 gedenijnerlijnerd water uitge-
vuld tot de rijnep (= 1 liter).

4. Bepaling van de fractie $\angle 16 \mu$.
De temperatuur van de suspensie wordt
tot op eenhalve graad nauwkeurig be-
paald. In de tabel (zie punt 3) wordt
de bij deze temperatuur behorende
diepte, van waar moet worden gepipe-
teerd, opgezocht. De slibcylinder
wordt afgesloten met een goed slui-
tende rubberstop en goed geschud,
waarbij erop gelet moet worden dat
het beninkael homogeen door de sus-
pensie wordt verdeeld. Na neerzetten
van de cylinder wordt de chronometer
ingedrukt. De cylinder wordt voor-
zichtig onder de pipetopstelling ge-
plaatst en de pipet, waarvan K_1 is ge-
sloten, zo gesteld dat de opening bij
het punt S de bovenkant van de sus-
pensie precies raakt. Op de meellat
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 pre-
cies 15 minuten wordt kraan K_1 ge-
opend en door middel van de water-
stroom pomp wordt de pipet volgezogen.
Zodra de suspensie K_2 is gepasseerd,
worden K_1 en K_2 gesloten. De slang
A wordt van de afzuigflus losge-
maakt. De toevoerkraan K_3 wordt nu zo
geopend, dat de overtollige suspensie
door D kan aflopen; met iets gedene-
ter dinceerd water uit E wordt F na-
aangevuld. Vervolgens wordt K_3 ge-
sloten. F boven P en K_4 boven J waardoor
de inhoud van de cilinder via D wordt af-
gevoerd en de pipet wordt goed en ge-
reinigd met een schone vloeistof.

De pipet wordt eveneens met iets gedemineraliseerd water uit $\%$ nagespoeld; ook het speelwater wordt in het schaalkje 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 indampschaljtje met inhoud wordt op het waterbad drooggedaapt en vervolgens 2 uur gegloeid in de moffeloven bij $900^{\circ} \text{C} \pm 25^{\circ}$. Na afkoelen in een exsiccator wordt gewogen.

7. Berekening

$\%$ minerale fractie $< 16 \mu$ in de droge stof =

$$(a-16) \times 1,064 \times \frac{250}{1000} \times \frac{100}{(100-v_{ld})}$$

waarin :

a = de gewichtsvermeerdering van het schaaljtje in mg;

16 = correctie in mg van de toegevoegde peptisator, wanneer de pipet van de pipetopstelling precies 20,0 ml inhoud heeft;

1,064 = correctie voor het tijdens het gloeien verdwenen gebonden water (= 6 $\%$ in de fractie $< 16 \mu$)

250 = verdunningsfactor ;

v_{ld} = vochtgehalte van het luchtdroge monster.

Opmerking

Indien de pipet van de opstelling een werkelijke inhoud i heeft, dan dient de factor 16 te worden vermenigvuldigd met

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

8. Tabel behorende bij de bepaling van de fractie $< 16 \mu$ volgens de pipetmethode.

Temp.	diepte in cm	Temp.	diepte in cm
10	16,1	18,5	20,2
10,5	16,3	19	20,4
11	16,6	19,5	20,7
11,5	16,8	20	20,9
12	17,0	20,5	21,2
12,5	17,3	21	21,4
13	17,5	21,5	21,7
13,5	17,7	22	22,0
14	18,0	22,5	22,2
14,5	18,2	23	22,5
15	18,4	23,5	22,7
15,5	18,7	24	23,0
16	18,9	24,5	23,2
16,5	19,2	25	23,5
17	19,4		
17,5	19,7		
18	19,9		

Opmerking :

De bezinkingstijd van 15 minuten en de pipetteerdiepte voor de fractie $< 16 \mu$ werd berekend volgens de wet van Stokes, waarbij het s.g. van de fractie op 2,675 werd gesteld en dat van water op 1,00. Voor de viscositeit werd die van zuiver water genomen.