

## BEREIDING VAN EXTRACTEN EN ANALYSEOPLOSSINGEN

### 1 PRINCIPE

Deze procedure vervangt de procedure AAC/2/IV/C.6 van mei 1994.

Vers analysemateriaal wordt bij kamertemperatuur geëxtraheerd met water en met een ammonium-acetaatbuffer bij pH 4,65.

Het **waterig extract** dient voor de bepaling van de nitraatstikstof en de ammoniumstikstof, de chloriden en de elektrische geleidbaarheid.

Het **ammoniumacetaat-extract** dient voor de bepaling van extraheerbare gehalten aan fosfor, kalium, calcium en magnesium.

Gedroogd en gemalen analysemateriaal (CMA/2/IV/B.3) wordt verast bij 450°C, en de as opgelost met verdund salpeterzuur.

Deze **analyseoplossing** dient voor de bepaling van de zware metalen cadmium, koper, lood, nikkel, zink en chroom, en voor de totaalgehalten aan fosfor, kalium, calcium en magnesium.

Gedroogd en gemalen analysemateriaal (CMA/2/IV/B.3) wordt onder reflux gedestruëerd met een mengsel van salpeterzuur, zwavelzuur en waterstofperoxyde. Deze **analyseoplossing** dient voor de bepaling van kwik.

### 2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 2.1. Erlenmeyers van 500 ml, glas, met brede hals.
- 2.2. Kwarts kroesjes, inhoud 25 ml.
- 2.3. Moffeloven met regelbare temperatuur bij  $450 \pm 10^\circ\text{C}$
- 2.4. Glazen bekervan 100 ml, hittebestendig
- 2.5. Verwarmplaat met regelbare temperatuur bij  $90 \pm 10^\circ\text{C}$
- 2.6. Erlenmeyers van 100 ml met slijpstuk, pyrex
- 2.7. Asvrije papieren ploofilter.
- 2.8. Snelle papier ploofilter

### 3 REAGENTIA

- 3.1. Ammoniumacetaat-buffer pH 4,65; 38,54g ammoniumacetaat onder zacht opwarmen oplossen in 500 ml water in een beker van 1 l. Afkoelen en 300 ml water toedienen, 20 ml geconcentreerd azijnzuur (96 %, d. 1,05) toevoegen en afkoelen. Terwijl de pH gemeten wordt, geconcentreerd azijnzuur (96 %, d. 1,05) toedruppelen tot pH 4,65. Overgieten in een maatkolf van 1 l, aanlengen en schudden.
- 3.2. Verdund salpeterzuur ong. 7 M; 1 l geconcentreerd salpeterzuur (3.3.) mengen met 1 l. water. Afkoelen.
- 3.3. Geconcentreerd salpeterzuur, 65 % d. 1,40
- 3.4. Geconcentreerd zwavelzuur, 96 % d. 1,84
- 3.5. Geconcentreerd waterstofperoxyde, 30 % d. 1,11

## 4 ANALYSEPROCEDURE

Bepaal de volumedichtheid van het analysemonster conform de compendiummethode CMA/2/IV/C.24.

### 4.1 Bereiding van het waterig extract.

Weeg een gewichtsequivalent af van 50 ml vers analysemateriaal in een erlenmeyer van 500 ml (2.1.), berekend op basis van de volumedichtheidsbepaling (CMA/2/IV/C.24). Voeg 250 ml water toe en extraheer gedurende 1 uur gebruik makend van een schudtoestel.

Filtreren door een ploofilter (2.8.). De eerste portie van het filtraat weggooien. Bij een te langzaam verloop van de filtratie kan een alternatieve scheidingsmethode (vacuumfiltratie, centrifugatie, decantatie, ...) gebruikt worden.

Indien meer dan 20 % van het materiaal (gewichtspersent in de droge stof, volgens methode CMA/2/IV/C.21 groter is dan 20 mm, worden de hoeveelheden met een factor 5 verhoogd, en worden aangepaste recipiënten gebruikt.

Het extract kan in een plastic fles in de koelkast bewaard worden. Het is echter wenselijk onverwijld met de bepalingen verder te gaan.

### 4.2 Bereiding van het ammoniumacetaat-extract.

Weeg een gewichtsequivalent af van 50 ml vers analysemateriaal in een erlenmeyer van 500 ml (2.1.), berekend op basis van de volumedichtheidsbepaling (CMA/2/IV/C.24). Voeg 250 ml ammoniumacetaat-buffer (3.1.) toe en extraheer gedurende 1 uur gebruik makend van een schudtoestel. Filtreren door een ploofilter (2.8.). De eerste portie van het filtraat weggooien.

Indien meer dan 20 % van het materiaal (gewichtspersent in de droge stof, volgens methode CMA/2/IV/C.21 groter is dan 20 mm, worden de hoeveelheden van het analysemateriaal en het water met een factor 5 verhoogd, en worden aangepaste recipiënten gebruikt.

Het extract kan in een plastic fles in de koelkast bewaard worden. Het is echter wenselijk onverwijld met de bepalingen van fosfor, kalium, calcium en magnesium verder te gaan. De ammoniumacetaat-buffer doet dienst als blanco-oplossing.

### 4.3 Bereiding van de analyseoplossing voor de bepaling van de zware metalen cadmium, koper, lood, nikkel, zink en chroom, en de totaalgehalten aan fosfor, kalium, calcium en magnesium

2 g gedroogd en gemalen analysemateriaal, bereid volgens methode CMA/2/IV/B.3, afwegen tot op 1 mg in een kwarts kroesje (2.2.), in een koude moffeloven (2.3.) plaatsen, de temperatuur verhogen tot  $450 \pm 10^\circ\text{C}$  en gedurende minimaal 6 u bij deze temperatuur verassen tot de as grijs tot roodbruin is. Na afkoelen de as met 20 ml verdund salpeterzuur (3.2.) overbrengen in een beker van 100 ml (2.4.) en naspoelen met wat water. Het kroesje naspoelen met 10 ml verdund salpeterzuur (3.2.) en vervolgens met wat water. Alles overbrengen in de beker van 100 ml (2.4.). Water toevoegen tot maximaal 50 ml. De beker afdekken met een horloge-glas en gedurende 30 minuten digerezen op een verwarmplaat bij  $90 \pm 10^\circ\text{C}$ . Na afkoelen filtreren door een ploofilter (2.7.) in een maatkolf van 100 ml. Horlogeglas en beker spoelen met water. Het residu op de filter meermaals naspoelen met water. Aanlengen tot de maatstreep en schudden. De analyseoplossing dient kleurloos te zijn, zoniet moet gedurende langere tijd verast worden. Een blanco-oplossing bereiden op identieke wijze, doch zonder staal af te wegen.

#### 4.4 Bereiding van de analyseoplossing voor de bepaling van kwik

1 g gedroogd en gemalen analysemateriaal, bereid volgens methode CMA/2/IV/B.3, tot 1 mg afwegen in een erlenmeyer van 100 ml (2.6.).

4 ml geconcentreerd salpeterzuur (3.3.) en 3 ml geconcentreerd zwavelzuur (3.4.) toevoegen en omzwenken. De erlenmeyer aansluiten op een refluxkoeler. Na 15 minuten langs bovenaan 2 ml geconcentreerd waterstofperoxyde (3.5.) toevoegen en omzwenken. Na 15 minuten nogmaals 2 ml geconcentreerd waterstofperoxyde (3.5.) toevoegen, omzwenken en zacht verhitten tot koken, steeds onder refluxkoeling. Gedurende 20 minuten zacht laten koken. Na afkoelen 20 ml water toevoegen, mengen en filtreren door een ploofilter (2.7.) in een maatkolf van 50 ml. De erlenmeyer spoelen met water. Het residu op de filter meermaals naspoelen met water. Aanlengen tot de maatstreep en schudden. Een blanco-oplossing bereiden op identieke wijze, doch zonder staal af te wegen.