

Bereiding van extracten en analyseoplossingen

1 PRINCIPE

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/IV/6 van december 2014.

Opmerking: Vloeibare monsters met een droge stof gehalte van < 2% worden behandeld als afvalwater en de relevante parameters worden rechtstreeks in de analyseoplossing bepaald (zie CMA/5/B.1).

De bereiding van de extractieoplossing voor de pH bepaling maakt deel uit van de analyseprocedure van pH en staat beschreven in CMA/2/IV/13.

Alle matrixtypes:

Vers analysemonster wordt bij kamertemperatuur geëxtraheerd met water (§5.1). Het waterig extract dient voor de bepaling van elektrische geleidbaarheid (CMA/2/IV/13).

Vaste en pasteuze monsters, inclusief compost:

Vers analysemonster wordt bij kamertemperatuur geëxtraheerd met water (§5.1). Het waterig extract dient voor de bepaling van nitraat (CMA/2/IV/7).

Opmerking: De geleidbaarheid kan eveneens bepaald worden op dit extract.

Vaste en pasteuze monsters, inclusief compost:

Analysemonster, gedroogd met wijnsteenzuur (CMA/5/B.1), wordt bij kamertemperatuur geëxtraheerd met 1M KCl (§5.7). Het KCl extract dient voor de bepaling van ~~nitraat~~ en ammoniumstikstof (CMA/2/IV/7).

Vloeibare en waterige pasteuze monsters:

Vers analysemonster wordt bij kamertemperatuur geëxtraheerd met water (§5.8). Het waterig extract dient voor de bepaling van nitraat- en ammoniumstikstof (CMA/2/IV/7).

Voor de bepaling van **elementen in vaste, pasteuze en vloeibare monsters** met een droge stof gehalte > 2%, zijn verschillende destructieprocedures opgenomen. Alle destructies worden uitgevoerd op gedroogd en gemalen analysemonster (CMA/5/B.1):

- §5.3: verassing bij 550°C en de as opgelost met verdund salpeterzuur. Deze analyseoplossing dient voor de bepaling van fosfor, kalium, calcium en magnesium.
- §5.5 en §5.6: destructie onder reflux gedestruëerd met een mengsel van salpeterzuur en waterstofchloride. Deze analyseoplossing dient voor de bepaling van de zware metalen arseen, cadmium, koper, lood, nikkel, zink en chroom en voor de totaalgehalten aan fosfor, kalium, calcium en magnesium.

De analysemethoden voor de bepaling van elementen in de destructieoplossingen zijn beschreven in CMA/2/IV/19; voor de bepaling van Hg wordt verwezen naar CMA/2/IV/20.

2 MONSTERBEHANDELING

De monsterconservering is beschreven in CMA/1/B en de monstervoorbehandeling in CMA/5/B.1.

3 APPARATUUR EN MATERIAAL

- 3.1 erlenmeyers van 500 ml, glas, met brede hals
- 3.2 **kroezen, bij voorkeur met platte bodem en typisch 50 tot 70 mm in diameter, geschikt voor een verassing bij 550°C**
- 3.3 moffeloven met regelbare temperatuur bij $550 \pm 25^\circ\text{C}$
- 3.4 glazen bekertjes van 100 ml, hittebestendig
- 3.5 verwarmplaat met regelbare temperatuur bij $90 \pm 10^\circ\text{C}$
- 3.6 erlenmeyers van 100 ml met slijpstuk, pyrex
- 3.7 zuurbestendige destructieblok programmeerbaar tot minimaal 105°C
- 3.8 wegwerpbaar destructiebuizen
- 3.9 asvrije papieren ploofilter
- 3.10 snelle papier ploofilter
- 3.11 schudtoestel
- 3.12 horlogeglas
- 3.13 maatkolf van 100 en 50 ml
- 3.14 refluxkoeler
- 3.15 reactiekolf van minimaal 250 ml

4 REAGENTIA

- 4.1 geconcentreerd salpeterzuur, 65 % d. 1,40
- 4.2 geconcentreerd waterstofchloride, 37 % d. 1,18
- 4.3 1M KCl
- 4.4 verdund salpeterzuur ong. 7 M; 1 l geconcentreerd salpeterzuur (3.3) mengen met 1 l water en afkoelen.

5 ANALYSEPROCEDURE

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

5.1 BEREIDING VAN HET WATERIG EXTRACT

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

Filtreren door een ploofilter. De eerste portie van het filtraat weggooiden. 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/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.

5.2 BEREIDING VAN HET AMMONIUMACETAAT-EXTRACT

Deze procedure vervalt.

5.3 BEREIDING VAN DE ANALYSEOPLOSSING VOOR DE BEPALING VAN FOSFOR, KALIUM, CALCIUM EN MAGNESIUM

Weeg 2 g gedroogd en gemalen analysemateriaal, bereid volgens methode CMA/5/B.1, af tot op 1 mg in een kroes en plaats deze in een moffeloven. Verhoog de temperatuur tot $550 \pm 25^\circ\text{C}$ en houd deze temperatuur aan gedurende minimaal 4 uur. Beperk de hoeveelheid monster tot maximaal 5 mm in de kroes.

Indien de testportie een hoog gehalte aan organisch materiaal bevat, kunnen er verliezen optreden omwille van een te snelle ontbranding of verbranding van het monster. In dit geval wordt het monster traag opgewarmd tot de ontbranding. Een stapsgewijze opwarming kan toegepast worden: plaats de kroes in een koude moffeloven, verwarm traag tot 250°C over een periode van 50 minuten. Daarna wordt de temperatuur traag verhoogd tot 550°C en gedurende minimaal 4 uur bij deze temperatuur gehouden.

~~2 g gedroogd en gemalen analysemateriaal, bereid volgens methode CMA/5/B.1, afwegen tot op 1 mg in een kwarts kroesje, in een koude moffeloven plaatsen, de temperatuur verhogen tot $550 \pm 25^\circ\text{C}$ en gedurende minimaal 4 u bij deze temperatuur verassen tot de as grijs tot roodbruin is. (Methode analoog BAM/deel 3/04 en BAM/deel 4/04).~~

Na afkoelen de as met 20 ml verdund salpeterzuur overbrengen in een beker van 100 ml en naspoelen met wat water. Het kroesje naspoelen met 10 ml verdund salpeterzuur en vervolgens met water. Alles overbrengen in de beker van 100 ml. Water toevoegen tot maximaal 50 ml. De beker afdekken met een horlogeglas en gedurende 1 uur digerezen op een verwarmplaat bij $90 \pm 10^\circ\text{C}$. Na afkoelen filtreren door een ploofilter 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, zo niet moet gedurende langere tijd verast worden. Een blanco-oplossing bereiden op identieke wijze, doch zonder staal af te wegen.

5.4 BEREIDING VAN DE ANALYSEOPLOSSING VOOR DE BEPALING VAN KWIK

Deze procedure vervalt.

5.5 BEREIDING VAN DE ANALYSEOPLOSSING VOOR DE BEPALING VAN ELEMENTEN (INCL. Hg)

2 g gedroogd en gemalen analysemateriaal, bereid volgens methode CMA/5/B.1, tot 1 mg afwegen in een reactiekolf van minimaal 250 ml.

Het monster bevochtigen met 0.5 tot 1 ml water. Voeg al mengend 21 ml geconcentreerd waterstofchloride en 7 ml geconcentreerd salpeterzuur toe, indien nodig, druppelsgewijs om schuimvorming tegen te gaan. De reactiekolf aansluiten op een refluxkoeler. Laat de reactiekolf, onder refluxkoeling, op kamertemperatuur staan om een trage reactie van het organisch materiaal mogelijk te maken.

Opm.: De hoeveelheid toegevoegd zuur kan 0.85 g organisch materiaal oxideren. Bij grotere hoeveelheden, dient stapsgewijs additioneel salpeterzuur (1 ml voor elke 0.17g boven 0.85g) worden toegevoegd met een maximum van 10 ml.

Langzaam verhitten tot koken, steeds onder refluxkoeling. Gedurende 2 uur zacht laten koken. Na afkoelen filtreren door een plooi-filter en opvangen in een maatkolf van 100 ml. De reactiekolf 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.

5.6 BEREIDING VAN DE ANALYSEOPLOSSING VOOR DE BEPALING VAN ELEMENTEN (INCL. Hg) MET DESTRUCTIEBLOK

De destructie kan ook uitgevoerd worden in een verwarmbare destructieblok met destructiebuizen voorzien van een compacte condensor.

Opmerking: Als alternatief kan voor de condensor een horlogeglas of een afsluitdop (vastdraaien en ½ slag terug losdraaien) worden gebruikt.

- a. Weeg ongeveer 1 g gedroogd en gemalen analysemateriaal, bereid volgens methode CMA/5/B.1, tot op 1 mg nauwkeurig in een destructiebuis.
- b. Voeg stapsgewijs 4 ml geconcentreerd HNO_3 en 12 ml geconcentreerd HCl toe.
- c. Plaats de condensor op de destructiebuizen.
- d. Laat de destructiebuizen op kamertemperatuur staan om een trage reactie van het organisch materiaal mogelijk te maken.
- e. Plaats de destructiebuizen in de destructieblok.
- f. Voer het destructieprogramma uit met stapsgewijze opwarming, bv.:
 - opwarmen in 20 minuten naar 45°C, 5 minuten bij 45°C;
 - opwarmen in 10 minuten naar 65°C, 10 minuten bij 65°C;
 - opwarmen naar 105°C, 120 minuten bij 105°C.
- g. Filtreer het monster na destructie.
- h. Aanlengen met ultra puur water tot 50 ml.

5.7 BEREIDING VAN HET 1M KCl EXTRACT

Weeg 5 g monster (m), gedroogd na toevoeging van wijnsteenzuur (CMA/5/B.1) af in een recipiënt, op 1 mg nauwkeurig. Voeg 50 ml 1M KCl (V_{ext}) toe en extraheer gedurende 30 min. gebruik makend van een schudtoestel. Het extract wordt gecentrifugeerd of gefiltreerd. Spoel de filter voor met monsteroplossing en verwerp het eerste deel van het filtraat. Vang het overige filtraat op in een droog recipiënt.

5.8 BEREIDING VAN WATERIG EXTRACT VAN VLOEIBARE EN WATERIGE PASTEUZE MONSTERS

Weeg een bepaalde hoeveelheid monster (± 5 g) (m), gehomogeniseerd volgens CMA/5/B.1, af tot op 1 mg nauwkeurig. Een representatief deelmonster kan worden genomen aan de hand van een pipet met brede uitstroomopening of met een maatschepje. Dit deelmonster wordt verdund met water in een verhouding van 1/100 (m/v) in een maatkolf. Goed schudden. Het volume van de maatkolf is V_{ext} . De oplossing wordt gecentrifugeerd of gefiltreerd. Spoel de filter voor met monsteroplossing en verwerp het eerste deel van het filtraat. Vang het overige filtraat op in een droog recipiënt.

6 REFERENTIE

- NBN EN 13652:2001 Soil improvers and growing media – Extraction of water soluble nutrients and elements.
- NBN EN 13650:2001 Soil improvers and growing media – Digestion of aqua regia soluble elements.
- NBN EN 16174:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Digestion of aqua regia soluble fractions of elements
- NBN EN 15935:2012 Sludge, treated biowaste, soil and waste – Determination of loss of ignition.
- BAM/deel 3/05 Vloeibare dierlijke mest - Ammoniumstikstof
- BAM/deel 4/05 Vaste dierlijke mest – Ammoniumstikstof