

Vaste mest en vaste behandelde mest - Monstervoorbehandeling

INHOUD

1	Principe	3
2	Materiaal	3
3	Reagentia	4
4	Werkwijze voor homogenisatie en verkleinen	4
5	Werkwijze voor monster gedroogd met wijnsteenzuur	4
6	Berekening van de droogfactor	5
7	Kwaliteitscontrole	5
8	Referentie	5

De onderstaande methode beschrijft de procedure voor de voorbehandeling van monsters van vaste mest voorafgaand aan de analyse. Daarbij wordt uitgegaan van een laboratoriummonster met een volume van 5 liter.

Monsters van vaste mest met een drogestofgehalte tussen 15 en 30% kunnen zowel ingedeeld worden bij de vloeibare mest als bij de vaste mest. Het indelen van het geleverde laboratoriummonster in het betreffende matrixtype en de daarbij horende monstervoorbehandeling kan uitgevoerd worden op basis van het geschatte drogestofgehalte in combinatie met een visuele beoordeling. De fysische toestand op basis van de visuele waarneming is echter determinerend voor het uitvoeren van de monstervoorbehandeling.

De monstervoorbehandeling van vaste behandelde mest is beschreven in het Compendium voor monsterneming en analyse ter uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemdecreet, en meer specifiek in CMA/5/B.1 *Monstervoorbehandeling van Meststof-Bodemverbeterend middel* (<https://emis.vito.be/nl/referentielabo-ovam>).

Zowel voor vaste mest als voor vaste behandelde mest moeten de monsters:

- a. altijd koel bewaard worden bij een temperatuur van $(5 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ om omzettingen te vermijden;
- b. ten laatste de zevende dag na de monsterneming in bewerking genomen worden voor analyse.

1 PRINCIPE

In deze procedure wordt het ruwe monster in zijn geheel eerst grondig gemengd. Een portie van ten minste 500 g wordt na menging en kwartering in bewerking genomen als laboratoriummonster.

Na mengen/malen wordt voorzien in representatieve deelmonsters voor de bepaling van:

- a. droge stof bij 105°C : vers monster;
- b. totale fosfor: monster gedroogd bij 105°C en vermalen tot $< 0,5 \text{ mm}$ (zie BAM/deel 4/03);
- c. totale stikstof, ammoniumstikstof: monster gedroogd met wijnsteenzuur en vermalen tot $< 0,5$ of 1 mm (zie punt 5).

Opmerking: Het analysemonster voor de drogestofbepaling kan verder gebruikt worden voor de bepaling van totaal fosfor.

2 MATERIAAL

Het gebruikelijke laboratoriumglaswerk en ook:

- a. verkleinapparaat;
- b. droogblik;
- c. kunststof mengkaarten, van inert materiaal;
- d. droogschalen;
- e. balans, met een nauwkeurigheid van minstens 1 mg;
- f. doseerapparaat;
- g. droogstoof, ingesteld op een temperatuur van $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$;
- h. kruisslagmolen, voorzien van een zeef met openingen met een middellijn van 1 mm.

Als verkleinapparaat voor vaste mest wordt een snijmolen of messenmolen aanbevolen (zie Figuur 1).



Figuur 1: Snijmolen of messenmolen

Voor monsters met stro wordt het laboratoriummonster gehomogeniseerd door achtereenvolgens verschillende deelmonsters in de snijmolen te brengen tot een voldoende grote representatieve hoeveelheid voor analyse is verkregen.

3 REAGENTIA

Gebruik uitsluitend reagentia van analytisch zuivere kwaliteit:

- ultra puur water;
- wijnsteenzuuroplossing $c(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6) = 0,445 \text{ mol/l}$: los 667 g wijnsteenzuur op in circa 8 l water en vul aan tot 10 l met water.

4 WERKWIJZE VOOR HOMOGENISATIE EN VERKLEINEN

Het ruwe monster wordt "grondig gemengd" of "gehomogeniseerd door manuele omzetting". Verwijder mestvreemde voorwerpen. Neem vervolgens een deelmonster van ten minste 500 g in bewerking.

Splits het monster in de delen A en B als in het monster ook een of meer bepalingen in het verse product moeten worden uitgevoerd.

Ga daarvoor als volgt te werk: Verzamel het gemalen monster op een droogblik, meng en verdeel het monster met een mengkaart in twee gelijke porties door herhaalde toepassing van de methode van kwarteren.

Bewaar het deel A dat is bestemd voor een bepaling in het verse product, als die niet dezelfde dag wordt uitgevoerd, bij $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$. Respecteer de voorgeschreven houdbaarheidstermijn voor de nog te bepalen parameters.

Ga verder met deel B volgens punt 5 voor het verkrijgen van een monster gedroogd met wijnsteenzuur.

5 WERKWIJZE VOOR MONSTER GEDROOGD MET WIJNSTEENZUUR

Weeg een lege droogschaal tot op 0,1 g nauwkeurig (massa m_0).

Neem met een lepel op ten minste tien verschillende plaatsen van het gemalen en gemengde monster een deelmonster. Breng ongeveer 250 g van het monster in een droogschaal en weeg tot op 0,1 g nauwkeurig (massa m_1).

Voeg met een doseerapparaat 300 ml wijnsteenzuuroplossing toe. Meng met de lepel de toegevoegde hoeveelheid wijnsteenzuuroplossing door het monster tot een homogene suspensie. Eventueel aanwezige klontjes moeten met de lepel worden fijngewreven.

Opmerking 1: Wijnsteenzuur wordt toegevoegd om te voorkomen dat ammoniak verdampt tijdens de monstervoorbehandeling door drogen.

Opmerking 2: een procedure blanco wordt bij elke batch meegenomen (25 gram wit zand + 30 ml wijnsteenzuur ($C_{(C_4H_6O_6)} = 0.445 \text{ mol/l}$)). De parameter ammonium wordt bepaald op deze procedure blanco, voor de extractie en de analyse zie BAM/deel 4/05. Als richtlijn is het gehalte van de procedure blanco voor ammonium $< 0,1 \text{ kg N/1000 kg}$

Droog bij $70^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ in de droogstoof tot luchtdroog. Schep tijdens het drogen het monster met de lepel en keer om. Weeg de droogschaal met inhoud tot op 0,1 g nauwkeurig (massa m_2). Maal het luchtdroge monster met de kruisslagmolen en verklein tot $< 0,5$ of 1 mm.

6 BEREKENING VAN DE DROOGFACTOR

Bij verdere bepalingen, uitgevoerd op het monster gedroogd met wijnsteenzuur, moet de droogfactor in de uiteindelijke berekeningen worden opgenomen.

Bereken de droogfactor (D) met de vergelijking:

$$D = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

waarbij:

D: droogfactor;

m_0 : massa van de lege droogschaal, in g;

m_1 : massa van de droogschaal en vers monster, in g;

m_2 : massa van de droogschaal met inhoud na drogen, in g.

Rond de uitkomst af op 3 decimalen.

7 KWALITEITSCONTROLE

Als kwaliteitscontrole wordt voor minstens 1 relevante parameter per dag minstens 1 monster in duplo geanalyseerd. Daarvoor worden na de monstervoorbehandeling 2 deelmonsters genomen die het volledige analysetraject doorlopen.

8 REFERENTIE

NEN 7431:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Monstervoorbehandeling door mengen, drogen en malen - Stapelbare mest