Afd. Technometrie 1981-02-27

VERSLAG 81.23 Pr.nr. 7.405

Onderwerp: Ringtest spoorelementen atomaire absorptie AA '80
NNI Commissie 370 10 01

Voorgaande verslag: RZS rapport 2e serie
no. 179 dd. 1979-05-07
Ringtest AA '79.

Afd. Technometrie 1981-02-27

VERSLAG 81.23 Pr.nr. 7.405

Project: Normalisatie/harmonisatie bepaling zware metalen
Onderwerp: Ringtest spoorelementen atomaire absorptie AA '80
NNI Commissie 370.10.01.

Bijlage: 1
Voorgaand verslag: RZS rapport 2e serie no. 179 dd. 1979-05-07
Ringtest AA '79

Doel:
Normalisatie van methoden voor het bepalen van nutriënte spoorelementen in veevoeders.

Samenvatting:
Het concept normvoorschrift Onderzoekingsmethoden voor veevoeders versie 1980-05-14 is getest door middel van een ringonderzoek waarbij 2 analisten van 9 laboratoria 8 elementen in 4 produkten elk in duplo geanalyseerd hebben.
Per produkt per element zijn de volgende parameters berekend en weergegeven in tabel 9:
$\bar{x}$ $s_{\bar{x}}$ s_r s_a s_1 s_R $V_{\bar{x}}$ V_r V_a V_1 en V_R.

Conclusie:
De onderzochte elementen K, Na, Mg en Ca met gehalten >500 mg/kg en de elementen Zn, Mn, Cu en Fe met gehalten >10 mg/kg zijn goed tot redelijk goed te bepalen. Na in mais met een gehalte van circa 140 mg/kg (0,014%) is niet kwantitatief te bepalen.
Mn is voor gehalten tussen 5 en 10 mg/kg nog goed te bepalen, Cu niet, van Zn en Fe komen in dit gebied bij dit ringonderzoek geen waarden voor.

Verantwoordelijk: dr W.G. de Ruig
Samensteller: Mevr. G.A. Werdmuller

Inleiding

Door de NNI commissie 370 10 01 "Monstervoorbehandeling/Atomaire Absorptie" is een concept normvoorschrift voor het bepalen van kalium, natrium, magnesium, calcium, zink, mangaan, koper en ijzer in veevoeders opgesteld.
De tekst van dit normvoorschrift zoals gewijzigd in de vergadering dd. 1980-05-14 is opgenomen in bijlage 1.
In dezelfde vergadering is besloten deze nieuwe versie door een tweede ringonderzoek te testen.
De volgende produkten zijn gekozen:
mais
schapenkorrel
melkpoeder
vismeel.

Aan het ringonderzoek hebben de volgende instellingen meegedaan:
1 IVVO
2 CABO
3 Oosterbeek
4 RIKILT
5 De Schothorst
6 DMV Campina
7 Unimills
8 Het Spelderholt
9 UT Delfia B.V.

In elk laboratorium hebben twee analisten elk alle elementen van de vier monsters in duplo bepaald. De analyseresultaten berekend op droge stof staan per element vermeld in de tabellen 1 t/m 8. Kalium en natrium zijn door twee laboratoria met behulp van vlamemissie bepaald in plaats van atoomabsorptie. De gebruikte techniek is in de tabellen 1 en 2 aangegeven met VE en AA.

Statistische verwerking

Per element en per produkt zijn de standaardafwijkingen tussen laboratoria, tussen analisten binnen laboratoria en binnen analisten berekend.

Voor de standaardafwijking van elk gemiddelde geldt:

$$\sigma_{\bar{x}} = \sqrt{\sigma_l^2/p + \sigma_a^2/mp + \sigma_r^2/nmp}.$$

waarin:

σ_l = standaardafwijking tussen laboratoria

σ_a = standaardafwijking tussen analisten binnen een laboratorium

σ_r = standaardafwijking herhaling binnen analisten

p = aantal laboratoria

m = aantal analisten per laboratorium

n = aantal analyses per analist.

Indien in één laboratorium één analyse wordt gedaan, dan is de totale spreiding:

$$\sigma_R = \sqrt{\sigma_l^2 + \sigma_a^2 + \sigma_r^2}$$

De spreidingen zijn vaak, en zeker bij spoorelementen, afhankelijk van het gehalte. Daarom zijn niet alleen de absolute standaardafwijkingen berekend, maar ook de relatieve standaardafwijking, uitgedrukt in % van de gehalten, ook wel genoemd variatiecoëfficiënt. In de tabellen 9.1 t/m 9.8 zijn van de gehalten vermeld in de tabellen 1 t/m 8 per produkt verzameld:

$\bar{x}$ = het totale gemiddelde

$s_{\bar{x}}$ = standaardafwijking van het gemiddelde

s_r = standaardafwijking herhaling binnen analisten

s_a = standaardafwijking tussen analisten binnen laboratoria

s_l = standaardafwijking tussen laboratoria

s_R = totale standaardafwijking

$V_{\bar{x}}$ = variatiecoëfficiënt van het totale gemiddelde

V_r = variatiecoëfficiënt herhaling binnen analisten

V_a = variatiecoëfficiënt tussen analisten binnen laboratoria

V_l = variatiecoëfficiënt tussen laboratoria

V_R = totale variatiecoëfficiënt.

Om de onderlinge vergelijking te vergemakkelijken, zijn alle gehalten weergegeven in mg/kg.

In de tabellen zijn voor ieder element de produkten steeds naar opklimmend gehalte gerangschikt. Hierdoor is het eenvoudig om uit de tabellen te constateren of er een verband bestaat tussen gehalte en nauwkeurigheid. Redelijkerwijze is te verwachten, dat de relatieve nauwkeurigheid toeneemt bij hogere gehalten.

Conclusie

Uitdrukkelijk zij gesteld, dat de in dit verslag besproken ringtest slechts een momentopname is, waaruit geen conclusies getrokken mogen worden over de nauwkeurigheid (precision) of de juistheid (accuracy) van de resultaten van de individuele laboratoria. Er kunnen alleen globale conclusies getrokken worden over de betrouwbaarheid van de bepaling van de verschillende elementen in de onderzochte produkten. Het beste is dit laatste te doen door gebruik te maken van de totale variatiecoëfficiënt V_R.
In tabel 10 staan deze variatiecoëfficiënten van alle elementen in alle produkten nog eens extra vermeld.
De resultaten van onze ringtest waarbij V_R is ingedeeld in "klassen" van betrouwbaarheid zijn als volgt.

V_R 0-10%	"goed"	
Element	gehalte in mg/kg	
K	4000-16000	alle produkten
Na	3500-10000	melkpoeder, schapenkorrel, vismeel
Mg	900- 2400	alle produkten
Ca	9400-38000	melkpoeder, schapenkorrel, vismeel
Zn	23- 110	alle produkten
Mn	7- 44	vismeel, mais, schapenkorrel
Cu	11	schapenkorrel
Fe	89- 480	mais en schapenkorrel

V_R 11-20%	"redelijk goed"	
Element	gehalte in mg/kg	
Ca	630	mais
Fe	340	vismeel

V_R 21-30% "matig"
geen elementen

V_R 31-40%	"slecht"	
Element	gehalte in mg/kg	
Mn	<1	melkpoeder

$V_R > 40\%$	niet kwantitatief te bepalen	
Element	gehalte in mg/kg	
Na	ca. 140	mais
Cu	1-7	melkpeder, mais, vismeel
Fe	<5	melkpoeder

Resumerend kan uit het bovenstaande geconcludeerd worden dat de elementen K, Na, Mg en Ca met gehalten >500 mg/kg en de elementen Zn, Mn, Cu en Fe met gehalten >10 mg/kg goed tot redelijk goed bepaald kunnen worden.
Natrium in mais met een gehalte van circa 140 mg/kg is kwantitatief niet te bepalen.
Mn is voor gehalten tussen 5 en 10 mg/kg nog goed te bepalen.
Koper blijkt alleen in schapenkorrel, met een gehalte van 11,4 mg/kg "goed" bepaald te kunnen worden. In de andere drie produkten lagen de gehaltes <10 mg/kg (gemiddeld resp. 7,4, 3,2 en 1,5); de spreiding was hierbij zo groot dat Cu hierin volgens dit ringonderzoek niet kwantitatief bepaald kon worden.
Van de elementen Zn en Fe komen in het gebied van 5-10 mg/kg bij dit ringonderzoek geen waarden voor.
De in de vergadering van 1980-05-14 opgeworpen vraag of de methode ook geschikt is voor het concentratiegebied 5-10 mg/kg kan dus voor Mn bevestigend, voor Na en Cu ontkennend en voor Zn en Fe niet beantwoord worden.

De vlamemissieanalyses van K en Na in de tabellen 1 en 2 verschillen noch in niveau noch in spreiding met de atoomabsorptieanalyses. Dit komt overeen met de ervaringen uit de eerste ringtest.

Verzendlijst:	Drs A.H.M. Grimbergen	De Schothorst (25x)
	Dhr H.J. Mol	VKA
	Dr J.Th. van Doesburgh	RIKILT
	Drs N.G. van der Veen	"
	Dr W.G. de Ruig	"
	Mw G.A. Werdmuller	"
	sektor PVS	"
	sektor PP	"
	sektor DP	"

We/W

8123.5

Tabel 1 Kalium in g/100 g droge stof

Produkt		Schapenkorrel			Mais			Melkpoeder			Vismeel			Tech-
Lab	An.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.	niek
1	A	1,62	1,60	1,59	0,39	0,39	0,39	1,26	1,28	1,25	1,23	1,20	1,20	
		1,57			0,39			1,29			1,18			AA
	B	1,59	1,59		0,39	0,39		1,25	1,23		1,21	1,19		
		1,59			0,39			1,21			1,17			
2	A	1,57	1,56	1,59	0,36	0,37	0,36	1,21	1,21	1,17	1,14	1,14	1,11	
		1,55			0,38			1,21			1,15			AA
	B	1,62	1,62		0,30	0,34		1,03	1,13		0,94	1,08		
		1,62			0,38			1,24			1,22			
3	A	1,58	1,60	1,60	0,43	0,42	0,41	1,29	1,30	1,28	1,13	1,14	1,16	
		1,62			0,41			1,30			1,16			VE
	B	1,62	1,60		0,40	0,40		1,26	1,26		1,17	1,17		
		1,58			0,40			1,26			1,17			
4	A	1,50	1,50	1,53	0,41	0,41	0,40	1,22	1,22	1,20	1,11	1,12	1,10	
		1,51			0,41			1,22			1,12			VE
	B	1,52	1,55		0,38	0,38		1,19	1,19		1,08	1,08		
		1,58			0,38			1,19			1,08			
5	A	1,56	1,59	1,63	0,40	0,40	0,40	1,26	1,26	1,28	1,24	1,24	1,18	
		1,62			0,40			1,27			1,23			AA
	B	1,69	1,67		0,39	0,39		1,28	1,29		1,11	1,12		
		1,65			0,39			1,30			1,13			
6	A	1,60	1,56	1,61	0,34	0,36	0,37	1,23	1,25	1,26	0,95	1,00	1,06	
		1,52			0,37			1,27			1,05			AA
	B	1,65	1,66		0,38	0,38		1,31	1,28		1,14	1,12		
		1,68			0,38			1,24			1,10			
7	A	1,71	1,69	1,69	0,47	0,48	0,48	1,41	1,38	1,38	1,28	1,30	1,30	
		1,67			0,48			1,35			1,33			AA
	B	1,71	1,69		0,47	0,48		1,40	1,38		1,28	1,30		
		1,67			0,48			1,35			1,33			
8	A	1,57	1,56	1,63	0,39	0,39	0,41	1,15	1,14	1,18	1,06	1,03	1,04	
		1,56			0,39			1,14			1,00			AA
	B	1,69	1,69		0,43	0,42		1,20	1,22		1,07	1,06		
		1,69			0,42			1,25			1,05			
9	A	1,64	1,64	1,64	0,45	0,45	0,44	1,31	1,31	1,32	1,20	1,20	1,20	
		1,63			0,45			1,31			1,20			AA
	B	1,64	1,64		0,44	0,44		1,32	1,32		1,20	1,20		
		1,63			0,44			1,32			1,19			

Tabel 2 Natrium in g/100 g droge stof

Produkt		Schapenkorrel			Mais			Melkpoeder			Vismeel			Tech-
Lab	An.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.	niek
1	A	0,48	0,48	0,49	0,012	0,012	0,013	0,36	0,35	0,35	1,20	1,18	1,18	
		0,49			0,011			0,34			1,16			AA
	B	0,50	0,50		0,014	0,014		0,34	0,34		1,20	1,18		
		0,51			0,014			0,35			1,15			
2	A	0,50	0,50	0,51	0,023	0,023	0,024	0,34	0,33	0,36	1,03	1,04	1,05	
		0,49			0,023			0,33			1,05			AA
	B	0,58	0,53		0,025	0,026		0,41	0,39		1,08	1,07		
		0,48			0,026			0,38			1,06			
3	A	0,53	0,52	0,52	0,018	0,016	0,014	0,34	0,34	0,37	1,04	1,03	1,04	
		0,51			0,014			0,35			1,02			VE
	B	0,53	0,52		0,011	0,012		0,39	0,39		1,03	1,05		
		0,52			0,012			0,39			1,07			
4	A	0,49	0,49	0,48	0,015	0,014	0,013	0,32	0,32	0,32	1,00	1,00	0,98	
		0,49			0,014			0,32			1,00			VE
	B	0,47	0,47		0,015	0,012		0,33	0,33		0,95	0,97		
		0,47			0,009			0,33			0,99			
5	A	0,51	0,50	0,51	0,01	0,01	0,01	0,34	0,34	0,34	1,00	0,99	1,00	
		0,49			0,01			0,34			0,98			AA
	B	0,53	0,52		0,01	0,01		0,34	0,34		1,00	1,00		
		0,51			0,01			0,34			1,01			
6	A	0,51	0,50	0,51	0,060	0,060	0,059**	0,33	0,36	0,33	1,07	1,11	1,10	
		0,48			0,061			0,38			1,15			AA
	B	0,54	0,52		0,056	0,057		0,32	0,31		1,09	1,08		
		0,51			0,058			0,30			1,07			
7	A	0,54	0,53	0,53	0,022	0,022	0,021	0,37	0,36	0,36	1,06	1,06	1,07	
		0,52			0,021			0,36			1,07			AA
	B	0,54	0,53		0,022	0,021		0,37	0,36		1,06	1,07		
		0,52			0,021			0,36			1,07			
8	A	0,52	0,52	0,53	0,012	0,012	0,013	0,38	0,38	0,36	1,02	1,00	1,00	
		0,51			0,011			0,37			0,99			
	B	0,53	0,54		0,013	0,014		0,34	0,34		1,00	1,00		
		0,54			0,014			0,35			1,01			
9	A	0,45	0,45	0,48	0,007	0,007	0,007	0,30	0,30	0,32	0,93	0,92	0,99	
		0,45			0,007			0,30			0,92			AA
	B	0,52	0,52		0,007	0,006		0,33	0,33		1,06	1,06		
		0,51			0,006			0,33			1,06			

** te hoge waarde $\alpha < 0,01$ Dixons uitbijtertest

Tabel 3 Magnesium in g/100 g droge stof

Produkt		Schapenkorrel			Mais			Melkpoeder			Vismeel		
Lab	An.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.
1	A	0,22	0,22	0,22	0,11	0,11	0,11	0,086	0,086	0,088	0,24	0,24	0,24
		0,22			0,11			0,087			0,24		
	B	0,23	0,22		0,12	0,12		0,089	0,090		0,25	0,25	
		0,22			0,11			0,090			0,25		
2	A	0,24	0,24	0,23	0,119	0,118	0,117	0,089	0,088	0,086	0,23	0,23	0,22
		0,23			0,118			0,087			0,22		
	B	0,24	0,23		0,115	0,116		0,084	0,085		0,22	0,22	
		0,22			0,117			0,086			0,23		
3	A	0,22	0,22	0,22	0,12	0,12	0,12	0,084	0,086	0,088	0,24	0,24	0,24
		0,22			0,12			0,087			0,23		
	B	0,22	0,22		0,12	0,12		0,090	0,090		0.24	0,24	
		0,23			0,12			0,090			0,23		
4	A	0,22	0,22	0,22	0,11	0,11	0,11	0,088	0,088	0,088	0,23	0,23	0,23
		0,22			0,11			0,088			0,23		
	B	0,22	0,22		0,11	0,10		0,089	0,088		0,22	0,22	
		0,22			0,10			0,087			0,23		
5	A	0,22	0,22	0,22	0,11	0,11	0,12	0,09	0,09	0,09	0,24	0,24	0,23
		0,22			0,11			0,09			0,23		
	B	0,22	0,22		0,13	0,12		0,09	0,09		0,23	0,23	
		0,22			0,11			0,09			0,23		
6	A	0,22	0,22	0,22	0,13	0,13	0,13	0,089	0,090	0,090	0,23	0,23	0,23
		0,21			0,13			0,090			0,23		
	B	0,22	0,22		0,13	0,13		0,090	0,090		0,23	0,23	
		0,23			0,13			0,091			0,23		
7	A	0,25	0,25	0,25	0,13	0,13	0,13	0,098	0,098	0,087	0,25	0,26	0,26
		0,25			0,13			0,097			0,26		
	B	0,25	0,25		0,132	0,132		0,098	0,097		0,25	0,26	
		0,25			0,132			0,097			0,26		
8	A	0,22	0,22	0,22	0,13	0,13	0,13	0,09	0,09	0,09	0,23	0,23	0,23
		0,22			0,13			0,09			0,23		
	B	0,22	0,22		0,13	0,13		0,09	0,09		0,23	0,23	
		0,22			0,13			0,09			0,23		
9	A	0,22	0,22	0,22	0,13	0,12	0,12	0,08	0,08	0,09	0,24	0,24	0,24
		0,22			0,11			0,08			0,24		
	B	0,22	0,22		0,13	0,13		0,10	0,10		0,24	0,24	
		0,22			0,13			0,10			0,24		

Tabel 4 Calcium in g/100 g droge stof

Produkt		Schapenkorrel			Mais			Melkpoeder			Vismeel		
Lab	An.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.
1	A	1,06	1,05	1,04	0,060	0,061	0,058	0,92	0,92	0,92	3,72	3,77	3,74
		1,04			0,062			0,92			3,82		
	B	1,02	1,02		0,056	0,055		0,92	0,92		3,66	3,71	
		1,03			0,054			0,92			3,75		
2	A	1,04	1,05	1,03	0,061	0,061	0,054	0,94	0,93	0,93	4,01	3,90	3,95
		1,05			0,061			0,92			3,78		
	B	1,00	1,01		0,038	0,046		0,92	0,93		4,11	4,00	
		1,02			0,054			0,94			3,90		
3	A	1,03	1,02	1,03	0,06	0,06	0,06	0,95	0,95	0,95	3,87	3,80	3,78
		1,02			0,06			0,95			3,72		
	B	1,04	1,04		0,06	0,06		0,95	0,95		3,78	3,77	
		1,04			0,06			0,95			3,76		
4	A	0,96	0,99	1,02	0,057	0,057	0,056	0,97	0,96	0,96	3,71	3,74	3,74
		1,02			0,057			0,95			3,77		
	B	1,04	1,06		0,055	0,056		0,95	0,96		3,72	3,73	
		1,07			0,056			0,96			3,74		
5	A	1,01	1,02	1,03	0,06	0,06	0,06	0,94	0,94	0,94	3,74	3,71	3,74
		1,03			0,06			0,94			3,68		
	B	1,04	1,04		0,07	0,06		0,94	0,94		3,83	3,77	
		1,04			0,06			0,95			3,71		
6	A	1,00	0,98	1,01	0,066	0,070	0,070	0,90	0,90	0,91	3,49	3,47	3,44*
		0,95			0,075			0,91			3,45		
	B	1,05	1,04		0,068	0,070		0,92	0,92		3,39	3,40	
		1,03			0,072			0,93			3,42		
7	A	1,04	1,04	1,04	0,066	0,066	0,065	0,95	0,94	0,94	3,8	3,85	3,84
		1,04			0,065			0,94			3,9		
	B	1,04	1,04		0,066	0,065		0,95	0,94		3,77	3,84	
		1,04			0,065			0,94			3,90		
8	A	1,06	1,06	1,06	0,09	0,09	0,075	0,98	0,98	0,98	3,75	3,75	3,72
		1,05			0,09			0,98			3,75		
	B	1,05	1,06		0,06	0,06		0,98	0,98		3,69	3,68	
		1,06			0,06			0,99			3,68		
9	A	1,04	1,04	1,04	0,021	0,021	0,021*	0,94	0,94	0,95	3,86	3,92	3,89
		1,04			0,021			0,93			3,96		
	B	1,04	1,04		0,021	0,021		0,97	0,97		3,88	3,88	
		1,04			0,021			0,97			3,87		

* te lage waarde $\ll 0{,}02$.

Tabel 5 Zink in mg/kg droge stof

Produkt		Schapenkorrel			Mais			Melkpoeder			Vismeel		
Lab	An.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.
1	A	133	123	126	33	34	37**	45	44	46**	103	94	97**
		113			34			43			84		
	B	129	128		40	40		46	48		110	100	
		127			40			50			90		
2	A	105	106	110	21	21	22	32	32	32	62	63	64
		107			21			32			63		
	B	116	114		24	23		33	32		63	65	
		113			22			32			67		
3	A	106	104	106	21	20	21	31	31	33	63	64	65
		103			20			31			64		
	B	109	108		22	22		36	35		67	67	
		106			22			34			67		
4	A	106	106	107	22	22	22	33	33	33	68	68	69
		107			22			33			68		
	B	109	108		24	23		33	33		68	69	
		107			22			33			70		
5	A	110	110	108	22	22	22	34	34	34	70	72	69
		110			22			35			74		
	B	107	106		23	22		34	34		67	66	
		106			21			34			66		
6	A	106	108	110	23	23	23	34	34	34	67	67	66
		109			23			34			67		
	B	111	112		23	23		34	35		67	66	
		113			23			36			65		
7	A	107	108	108	24	24	24	37	36	37	69	70	70
		108			23			36			70		
	B	107	108		24	24		37	37		69	70	
		108			23			36			70		
8	A	101	102	104	23	23	23	33	33	34	62	62	64
		102			23			33			61		
	B	104	106		24	24		35	35		67	66	
		107			24			35			66		
9	A	113	112	115	24	24	24	36	36	37	68	68	70
		111			23			36			68		
	B	118	118		24	24		38	38		72	73	
		118			24			38			74		

** te hoge waarde $\alpha < 0{,}01$.

Tabel 6 Mangaan in mg/kg droge stof

Produkt		Schapenkorrel			Mais			Melkpoeder			Vismeel		
Lab	An.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.
1	A	44	44	45	8,2	8,3	8,6	0,48	0,50	0,53	7,2	7,3	7,3
		44			8,4			0,51			7,4		
	B	47	46		8,9	8,8		0,63	0,57		7,2	7,3	
		46			8,7			0,51			7,3		
2	A	44	44	46	9,6	9,4	9,6	0,3	0,25	0,38	6,3	6,3	6,8
		45			9,2			0,2			6,3		
	B	48	48		9,8	9,7		0,5	0,5		7,2	7,3	
		48			9,6			0,5			7,4		
3	A	45	45	44	9,1	9,2	9,2	0,3	0,2	0,38	6,8	7,0	7,3
		45			9,2			0,1			7,1		
	B	42	43		9,2	9,2		0,5	0,55		7,6	7,6	
		44			9,2			0,6			7,5		
4	A	43	43	43	7,5	7,4	7,4	0,45	0,45	0,44	6,6	6,6	6,6
		42			7,4			0,45			6,6		
	B	43	43		7,2	7,3		0,45	0,44		6,5	6,5	
		43			7,4			0,43			6,5		
5	A	49	48	50	7	7	7,8	≤ 1	≤ 1	≤ 1	5	5	5,8
		48			7			≤ 1			5		
	B	51	52		8	8,5		1	1		7	6,5	
		53			9			1			6		
6	A	46	46	45	9	8,5	8,8	0,5	0,45	0,40	7	7	7
		45			8			0,4			7		
	B	44	44		9	9		0,4	0,35		7	7	
		43			9			0,3			7		
7	A	42	42	42	8,9	8,9	8,9	0,4	0,4	0,39	6,6	6,6	6,6
		41			8,9			0,4			6,5		
	B	42	42		8,8	8,8		0,37	0,38		6,6	6,5	
		41			8,9			0,39			6,5		
8	A	44	42	42	8,2	7,8	8,1	1,2	1,2	$<1,1$	6,6	6,3	6,7
		40			7,5			1,2			6,0		
	B	42	41		8,7	8,4		$<1,0$	$<1,0$		7,1	7,2	
		40			8,2			$<1,0$			7,2		
9	A	43	44	44	9	9	9	0,3	0,3	0,3	10	9,5	8,8**
		44			9			0,3			9		
	B	44	44		9	9		0,2	0,2		8	8	
		44			9			0,3			8		

** te hoge waarde $\alpha < 0,01$.

Tabel 7 Koper in mg/kg droge stof

Produkt		Schapenkorrel			Mais			Melkpoeder			Vismeel		
Lab	An.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.
1	A	11,4	11,0	11,1	2,7	2,7	2,6	1,19	1,10	1,06	6,6	7,2	7,5
		10,7			2,7			1,02			7,8		
	B	11,2	11,1		2,5	2,6		1,02	1,02		7,8	7,8	
		11,0			2,6			1,01			7,9		
2	A	11,1	13,1	13,2	2,2	2,2	4,0	2,8	3,5	3,0	13,5	13,2	12,2
		15,1			2,1			4,2			13,0		
	B	13,3	13,2		7,0	5,8		4,7	2,6		10,8	11,1	
		13,1			4,7			0,5			11,4		
3	A	13,0	12,9	12,2	2,9	2,8	2,6	1,8	1,6	2,0	7,4	12,0	9,6
		12,8			2,7			1,4			16,7		
	B	11,1	11,4		2,4	2,4		2,9	2,4		7,2	7,2	
		11,7			2,3			1,8			7,1		
4	A	10,5	10,2	10,3	2,1	2,1	2,1	0,69	0,76	0,74	6,2	6,2	6,9
		10,0			2,0			0,83			6,2		
	B	11,1	10,4		2,2	2,2		0,80	0,72		8,1	7,6	
		9,6			2,2			0,65			7,0		
5	A	11	11	11,5	2	2	2,5	1	1	1	6	6,5	6,5
		11			2			1			7		
	B	12	12		3	3		1	1		6	6,5	
		12			3			1			7		
6	A	11	11	11,2	7	7	6,5*	2	2	2	8	8	8,5
		11			7			2			8		
	B	11	12		6	6		2	2		9	9	
		12			6			2			9		
7	A	10,4	10,5	10,5	2,3	2,2	2,3	0,7	0,7	0,71	5,1	5,0	5,0
		10,6			2,2			0,7			5,0		
	B	10,4	10,5		2,3	2,3		0,71	0,72		5,1	5,0	
		10,6			2,2			0,74			5,0		
8	A	12,6	12,6	11,9	3,7	3,7	3,9	1,8	2,0	2,5	7,3	7,3	7,8
		12,6			3,7			2,1			7,3		
	B	11,2	11,2		4,2	4,2		3,0	3,0		8,1	8,2	
		11,3			4,1			3,0			8,4		
9	A	11	10	10,8	2,0	1,9	1,9	0,6	0,6	0,6	1,9	2,2	2,8
		10			1,8			0,6			2,6		
	B	11	11		1,9	2,0		0,5	0,6		3,3	3,3	
		11			2,0			0,7			3,3		

* te hoge waarde $\alpha < 0,05$.

Tabel 8 IJzer in mg/kg droge stof

Produkt		Schapenkorrel			Mais			Melkpoeder			Vismeel		
Lab	An.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.
1	A	522	514	515	87	89	91	5,7	5,8	5,6	332	352	372
		506			91			5,9			373		
	B	515	516		92	92		5,1	5,4		390	391	
		516			93			5,6			392		
2	A	409	418	435	77	79	90	2,3	2,2	8,8	326	320	325
		427			81			2,2			313		
	B	429	452		102	102		17,8	15,4		316	330	
		476			101			13,0			344		
3	A	433	433	428	90	83	81	2,8	2,8	2,5	312	314	317
		433			76			2,7			317		
	B	423	424		80	79		2,0	2,2		287	320	
		425			78			2,4			352		
4	A	478	472	479	87	90	90	2,6	2,5	2,4	413	408	413
		466			93			2,4			404		
	B	493	486		88	90		2,4	2,3		434	418	
		480			93			2,2			402		
5	A	547	553	546	86	92	89	$\leqslant 1$	$\leqslant 1$	2,7	420	423	564**
		559			98			$\leqslant 1$			426		
	B	540	540		84	86		6	4,5		1056	704	
		539			88			3			349		
6	A	446	442	429	85	82	84	3	3	3,2	354	344	329
		437			78			3			334		
	B	416	416		86	86		4	3,5		320	314	
		416			86			3			309		
7	A	496	502	502	91	91	91	2,4	2,2	2,3	247	244	244
		508			91			2,1			241		
	B	496	502		91	91		2,4	2,3		247	244	
		508			91			2,1			240		
8	A	430	434	432	90	91	90	7,9	7,6	7,9	300	293	315
		438			91			7,2			286		
	B	433	431		90	90		8,3	8,3		348	336	
		429			90			8,3			324		
9	A	507	492	516	94	96	98	3,1	3,1	4,1	419	414	418
		478			99			3,1			410		
	B	547	540		104	100		6,2	5,2		428	422	
		532			95			4,1			417		

* te hoge waarde $\alpha < 0,05$.

Tabel 9 Spreidingen

9.1 Kalium

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficient				
		gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	s_r	s_a	s_l	s_R	$V_{\bar{x}}$	V_r	V_a	V_l	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Mais	4040	120	150	110	350	400	3,0	3,8	2,7	8,7	9,9
Vismeel	11500	270	540	220	750	950	2,4	4,7	1,9	6,5	8,3
Melkpoeder	12600	220	420	94	610	750	1,7	3,3	0,7	4,9	5,9
Schapenkorrel	16100	150	270	420	290	580	0,9	1,7	2,6	1,8	3,6

Tabel 9 Spreidingen

9.2 Natrium

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficient				
		gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	s_r	s_a	s_l	s_R	$V_{\bar{x}}$	V_r	V_a	V_l	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Mais [1]	143	20	14	13	57	60	14,2	9,6	9,2	39,4	41,6
Melkpoeder	3460	65	120	220	100	270	1,9	3,4	6,2	3,0	7,7
Schapenkorrel	5080	60	200	160	100	270	1,2	4,0	3,1	2,0	5,4
Vismeel	10500	210	220	310	570	680	2,0	2,1	3,0	5,4	6,5

1) zonder laboratorium 6 590 mg/kg

Tabel 9 Spreidingen

9.3 Magnesium

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficient				
		gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	s_r	s_a	s_l	s_R	$V_{\bar{x}}$	V_r	V_a	V_l	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Melkpoeder	898	11	8,7	49	afw.	50	1,2	1,0	5,4	afw.	5,5
Mais	1210	29	53	7,1	81	97	2,4	4,4	0,6	6,7	8,0
Schapenkorrel	2250	34	48	afw.	98	109	1,5	2,1	afw.	4,4	4,9
Vismeel	2360	32	45	afw.	93	104	1,4	1,9	afw.	4,0	4,4

Tabel 9 Spreidingen

9.4 Calcium

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficient				
		gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	s_r	s_a	s_l	s_R	$V_{\bar{x}}$	V_r	V_a	V_l	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Mais 1)	626	26	38	82	40	99	4,1	6,1	13,1	6,4	15,8
Melkpoeder	9440	69	74	82	190	220	0,7	0,8	0,9	2,1	2,4
Schapenkorrel	10300	44	160	220	afw.	270	0,4	1,5	2,1	afw.	2,6
Vismeel	37600	480	690	afw.	1400	1600	1,3	1,8	afw.	3,7	4,2

1) zonder laboratorium 9 210 mg/kg

met laboratorium 9

Mais	580	51	36	77	140	170	8,9	6,2	13,3	24,7	28,8

Tabel 9 Spreidingen

9.5 Zink

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficient				
		gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	x	s_x	s_r	s_a	s_l	s_R	V_x	V_r	V_a	V_l	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Mais	24,2	1,6	0,7	1,6	4,6	4,9	6,6	2,9	6,7	19,0	20,4
Melkpoeder	35,6	1,4	0,9	1,4	4,1	4,4	3,9	2,6	3,8	11,4	12,3
Vismeel	70,4	3,4	4,5	afw.	9,9	10,9	4,8	6,4	afw.	14,1	15,5
Schapenkorrel	110	2,2	3,6	2,0	6,1	7,4	2,0	3,3	1,9	5,5	6,7
Zonder laboratorium 1											
Mais	22,7	0,31	0,73	0,59	0,67	1,1	1,4	3,2	2,6	2,9	5,1
Melkpoeder	34,3	0,60	0,61	1,2	1,4	2,0	1,7	1,8	3,5	4,2	5,7
Vismeel	67,1	0,91	1,4	2,3	1,9	3,3	1,4	2,0	3,5	2,8	4,9
Schapenkorrel	108	1,2	1,4	3,1	2,5	4,2	1,1	1,3	2,8	2,3	3,9

Tabel 9 Spreidingen

9.6 Mangaan

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficient				
		gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	s_r	s_a	s_l	s_R	$V_{\bar{x}}$	V_r	V_a	V_l	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Melkpoeder 1)	0,4	0,03	0,06	0,11	afw.	0,13	7,4	15,4	28,2	afw.	32,1
Vismeel 2)	6,7	0,17	0,22	0,50	0,32	0,63	2,6	3,3	7,5	4,7	9,4
Mais	8,6	0,23	0,29	0,37	0,63	0,79	2,7	3,4	4,3	7,4	9,2
Schapenkorrel	44,4	0,90	1,0	1,3	2,5	3,0	2,0	2,3	3,0	5,6	6,7

1) zonder lab. 5 <1 en 1 mg/kg en lab. 8 <1 en 1,2 mg/kg

2) zonder lab. 9 8,8 mg/kg

met laboatorium 9

Vismeel	7,0	0,27	0,27	0,58	0,69	0,94	3,9	3,9	8,3	9,9	13,5

Tabel 9 Spreidingen

9.7 Koper

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficient				
		gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	x	s_x	s_r	s_a	s_l	s_R	V_x	V_r	V_a	V_l	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Melkpoeder	1,5	0,30	0,70	afw.	0,81	1,1	19,5	46,0	afw.	53,8	70,8
Mais	3,2	0,48	0,39	0,91	1,3	1,6	15,4	12,3	28,7	40,9	51,5
Vismeel	7,4	0,89	1,6	0,77	2,5	3,1	13,0	21,6	10,4	33,5	41,2
Schapenkorrel	11,4	0,30	0,77	0,11	0,81	1,1	2,6	6,8	0,9	7,1	9,9

Tabel 9 Spreidingen

9.8 IJzer

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	Variatiecoëfficient gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	s_r	s_a	s_l	s_R	$V_{\bar{x}}$	V_r	V_a	V_l	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Melkpoeder 1)	3,8	0,71	0,70	1,1	1,8	2,2	18,7	18,3	27,6	48,2	58,5
Mais	89,4	1,6	4,1	5,0	2,5	6,9	1,8	4,6	5,6	2,8	7,8
Vismeel 2)	342	20	17	11	56	60	6,0	5,1	3,4	16,5	17,6
Schapenkorrel	476	15	12	14	44	48	3,2	2,4	2,9	9,3	10,1

1) zonder lab. 2 2,2 en 15,4 mg/kg

2) zonder lab. 5 420, 426, 1059 en 349 mg/kg.

Tabel 10 Overzicht van de totale variatiecoëfficiënten V(R)

Veevoeder	Mais		Melkpoeder		Vismeel		Schapenkorrel		
Element	gehalte	V(R)	gehalte	V(R)	gehalte	V(R)	gehalte	V(R)	V(R) gem.
	mg/kg	%	mg/kg	%	mg/kg	%	mg/kg	%	%
K	4000	9,9	12500	5,9	11500	8,3	16000	3,6	6,9
Na	140	(41,9)	3500	7,7	5000	6,5	10000	5,4	6,5 2)
Mg	1200	8,0	900	5,5	2400	4,4	2300	4,9	5,7
Ca	630	15,8	9400	2,4	38000	4,2	10000	2,6	6,2
Zn 1)	23	5,1	34	5,7	67	4,9	110	3,9	4,9 1)
Mn	9	9,2	<1	—	7	9,4	44	6,7	8,4
Cu	<5	—	<5	—	7	(41,2)	11	9,9	9,9 3)
Fe	89	7,8	<5	—	340	17,6	480	10,1	11,8
Met laboratorium 1									
Zn	24	20,4	36	12,3	70	15,5	110	6,7	13,7

1) zonder laboratorium 1

2) zonder V(R) voor mais

3) alleen V(R) voor schapenkorrel

ONDERZOEKINGSMETHODEN VOOR VEEVOEDERS (verbeterde versie 14 Mei 1980)

Bepaling van de gehalten aan calcium, kalium, koper, magnesium, mangaan, natrium, ijzer en zink.

Test methods for feeding stuffs. Determination of calcium, copper, iron, magnesium, manganese, potassium, sodium and zinc.

1. Onderwerp

Deze norm beschrijft een methode voor de atomaire absorptie spectrometrische bepaling* van de gehalten aan de elementen calcium, kalium, koper, magnesium, mangaan, natrium, ijzer en zink in veevoeders.

2. Toepassingsgebied

De norm is van toepassing bij het onderzoek van veevoeders en veevoedergrondstoffen, met uitzondering van veevoedermineralen, voor gehalten groter dan 5 ~~10~~ mg/kg.

3. Beginsel

Het monster wordt bij 550° C in een moffeloven verast en de as behandeld met zoutzuur. Eventueel aanwezige siliciumverbindingen worden als siliciumdioxide geprecipiteerd en verwijderd door filtratie. De elementen worden, eventueel na verdunning, bepaald met behulp van atomaire absorptie spectrometrie*. Storingen door o.a. fosfaten worden voorkomen door de toevoeging van een oplossing van lanthaannitraat.

4. Analysemonster

Bereid het analysemonster overeenkomstig de richtlijnen vermeld in NEN 3328 onder 6.

5. Toestellen en hulptoestellen

5.1 Balans, waarop tot op 0,1 mg kan worden gewogen

5.2 Verassingsschalen, van platina, kwarts of porcelein, met een gladde, niet geetste, binnenwand, vooraf uitgekookt met 3 M zoutzuur (6.2); middellijn boven 4 à 6 cm, middellijn onder 2 à 2,5 cm, hoogte ca. 5 cm.

5.3 Electrische kookplaat

5.4 Waterbad ca. 95° C

5.5 Electrische moffeloven, met thermostaat, instelbaar op 550 ± 10° C.

5.6 Atomaire absorptie spectrometer* die wat betreft gevoeligheid en nauwkeurigheid in het gebruikte meetgebied voldoet aan de eisen die in verband met de methode worden gesteld.

*In een aanhangsel wordt een methode gegeven voor vlamfotometrische bepaling van kalium en natrium.

6. Reagentia

Alle reagentia moeten van analysekwaliteit zijn. Gebruik gedestilleerd water of water van tenminste dezelfde kwaliteit. Indien niet anders is aangegeven worden oplossingen in water bedoeld.

6.1 Zoutzuur 12M

6.2 Zoutzuur 3M

6.3 Zoutzuur 0,3 M

6.4 Lanthaannitraatoplossing 10% (G/V): d.i. 100 g $La(NO_3)_3$ per l

6.5 Stamoplossing Cu, Fe, Mn en Zn. Weeg af 863,5 mg ammoniumijzer(III)sulfaat ($NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12\ H_2O$); 392,8 mg koper(II)sulfaat ($CuSO_4 \cdot 5\ H_2O$); 307,7 mg mangaansulfaat ($MnSO_4 \cdot H_2O$) en 439,8 g zinksulfaat ($ZnSO_4 \cdot 7\ H_2O$) en breng deze stoffen over in een maatkolf van 1000 ml waarin zich een oplossing van 100 ml water en 125 ml 12 M zoutzuur (6.1) bevindt. Los de zouten op en vul aan tot 100 l. 1 Ml van deze stamoplossing bevat 100 µg van elk der spoorelementen.

6.6 Standaardoplossing Cu, Fe, Mn en Zn. Verdun 20,0 ml stamoplossing (6.5) in een maatkolf tot 100 ml. De oplossing, die 20 µg koper, mangaan, ijzer en zink per ml bevat, dagelijks vers bereiden.

6.7 Stamoplossing Ca, K, Mg en Na. Weeg af 1,907 g kaliumchloride (KCl), 2,542 g natriumchloride (NaCl) en 2,028 g magnesiumsulfaat ($MgSO_4 \cdot 7\ H_2O$) en breng deze stoffen over in een maatkolf van 1000 ml. Weeg af 2,497 g calciumcarbonaat ($CaCO_3$) in een bekerglas waarin zich 100 ml 3 M zoutzuur bevindt (Denk aan de kooldioxide ontwikkeling !). Kook gedurende 5 minuten op een electrische kookplaat, koel af en breng de oplossing over in de 1000 ml maatkolf met de kalium-, magnesium- en natriumzouten. Los op en vul aan met 0,3 M HCl opl. (6.3). De oplossing in een polytheen fles bewaren. 1 Ml van deze oplossing bevat 1 mg calcium, kalium en natrium en 200 µg Magnesium.

6.8 Standaardoplossing Ca, K, Na en Mg. Verdun 25,0 ml stamoplossing (6.7) in een maatkolf tot 250 ml. De oplossing, die 100 µg calcium, kalium en natrium en 20 µg magnesium per ml bevat, wekelijks vers bereiden en bewaren in een polytheen fles.

7. Werkwijze

7.1 Ontsluiting van het monster

7.1.1 Weeg 1-5 g monstermateriaal, afhankelijk van het te verwachten gehalte, tot op 1 mg nauwkeurig, af in een verassingsschaaltje.

7.1.2 Verhit op een electrische kookplaat of boven een kleine vlam totdat het monstermateriaal geheel verkoold is. Voorkom dat de schaalinhoud vlam vat.

7.1.3 Plaats het schaaltje in een moffeloven bij 550° C en veras gedurende 3 uur.

7.1.4 Bevochtig na afkoelen de schaalinhoud met 2 ml water. Droog, indien veel kooldeeltjes aanwezig zijn, het schaaltje boven een waterbad, veras opnieuw gedurende 2 uur

bij 550° C en voeg daarna weer 2 ml water toe.

7.1.5 Voeg aan de as 10 ml 3 M zoutzuur (6.1) toe, zwenk en verwarm tot de inhoud van het schaaltje bijna droog is.

7.1.6 Los het residu onder verwarmen op in 5 ml 3 M zoutzuur (6.1) en spoel de oplossing met behulp van 5 ml porties water kwantitatief over in een maatkolf van 50 ml.

7.1.7 Koel af, vul aan en meng. Filtreer indien de oplossing, door de aanwezigheid van kool- of siliciumdeeltjes, niet helder is.

7.1.8 Bereid bij iedere meetserie een blanko-oplossing door de gehele ontsluitingsprocedure uit te voeren zonder het monstermateriaal.

7.2 Spectrometrische bepaling

7.2.1 Meetcondities

Stel de spectrometer optimaal in voor meting met de lucht/acetyleen vlam bij de volgende golflengtes: Ca 422,6; Cu 324,8; Fe 248,3; K 766,5; Mg 285,2; Mn 279,5; Na 589,0 of 589,6 en Zn 213,8 nm.

7.2.2 Bepaling van de elementen koper, mangaan, ijzer en zink.

Opstellen van de ijklijn: Bereid door verdunning van de standaardoplossing (6.6) met 0,3 M zoutzuur (6.3) een serie van tenminste 5 ijkoplossingen zodanig dat, bij meting ten opzichte van 0,3 M zoutzuur (6.3), een lineair verband tussen extinctie en concentratie wordt verkregen.

Meting van de monsteroplossing. Meet parallel met en onder identieke omstandigheden als bij de meting van de ijkoplossingen de extinctie van de onder 7.1.7 verkregen monsteroplossingen ten opzichte van de blanko-oplossing (7.1.8). Verdun zonodig een hoeveelheid monsteroplossing en blanko-oplossing met 0.3 M zoutzuur (6.3) om de extinctie binnen het lineaire meetgebied van de ijklijn te verkrijgen.

7.2.3 Bepaling van de elementen calcium, kalium, magnesium en natrium.

Opstellen van de ijklijn: Verdun de standaardoplossing (6.8) en voeg per 100 ml verdunde standaardoplossing 5 ml lanthaannitraatoplossing (6.4) en 5 ml 3 M zoutzuur (6.2) toe. Kies de verdunningen zodanig dat bij meting ten opzichte van een blanko-oplossing (5 ml lanthaannitraat en 5 ml zoutzuur per 100 ml water) een rechte ijklijn van de extinctie tegen de concentratie wordt verkregen.

Meting van de monsteroplossing: Verdun een hoeveelheid monsteroplossing (7.1.7) en blanko-oplossing (7.1.8) en voeg per 100 ml verdunde oplossing 5 ml lanthaannitraatoplossing (6.4) en 5 ml 3 M zoutzuur (6.2) toe. Meet de extinctie van verdunde monsteroplossing ten opzichte van de verdunde blanko-oplossing parallel met en onder identieke omstandigheden als bij de meting van de ijkoplossingen. Kies de verdunning zodanig dat een extinctie

wordt verkregen die binnen het lineaire meetgebied van de ijklijn ligt.

8. Berekening

Bereken het gehalte van elk element aan de hand van de ingewogen monsterhoeveelheden, de gebruikte verdunningen en de ijklijnen. Druk het resultaat uit in mg of g per kg ingewogen monstermateriaal.

9. Herhaalbaarheid

Uitwerken na tweede ringonderzoek.

10. Reproduceerbaarheid

Uitwerken na tweede ringonderzoek.

11. Verslag

Vermeld in het verslag:

Het gehalte aan het bepaalde element als gemiddelde van twee bepalingen tot op ..... (uitwerken na tweede ringonderzoek). Druk het eindelijke resultaat uit in mg of g per kg oorspronkelijk monstermateriaal of droge stof. De gevolgde methode door de vermelding volgens NEN .....

12. Aanhangsel - De bepaling van kalium en natrium met behulp van een vlamfotometrische methode

12.1 Toestellen en hulptoestellen

Toevoegen aan de (hulp)toestellen gegeven onder 5.: Vlamfotometer die wat betreft gevoeligheid en nauwkeurigheid in het gebruikte meetgebied voldoet aan de eisen die in verband met de methode worden gesteld.

12.2 Reagentia

Voeg toe aan de reagentia gegeven onder 6.: Lithiumsulfaatoplossing - 3,75 g Li_2SO_4 per 1.

12.3 Werkwijze

Ontsluiting van het monster : Als onder 7.1

Vlamfotometrische bepaling:

Meetcondities - Stel de vlamfotometer optimaal in voor meting met de lucht/propaanvlam bij de golflengten 766,5 nm (kalium) en 589,0 of 589,6 nm (natrium).

Opstellen van de ijklijn - Verdun de standaardoplossing (6.8) en voeg per 100 ml verdunde oplossing 4 ml lithiumsulfaatoplossing (12.2) toe. Kies de verdunningen zodanig dat bij meting ten opzichte van een blanko-oplossing (4 ml lithiumsulfaatoplossing (12.2) per 100 ml water) een rechte lijn wordt verkregen.

Meting van de monsteroplossing - Verdun een hoeveelheid van de monsteroplossing (7.1.7) en blanko-oplossing (7.1.8) en voeg per 100 ml verdunde oplossing 4 ml lithiumsulfaatoplossing (12.2) toe. Meet het analysesignaal van de verdunde

monsteroplossing ten opzichte van de verdunde blanko-oplossing. Kies de verdunningen zodanig dat een analysesignaal wordt verkregen dat binnen het lineaire meetgebied van de ijklijn ligt.

12.4 Berekening

Als 8.

12.5 Herhaalbaarheid

Uitwerken na tweede ringonderzoek

12.6 Reproduceerbaarheid

Uitwerken na tweede ringonderzoek

12.7 Verslag

Als 11.