Afd..Technometrie 1981-11-19

Verslag 81.87 pr.nr. 505.0590

Onderwerp: Ringtest spoorelementen atomaire absorptie AA '81 NNI Commissie 370 10 01

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	"

8187

Afd. Technometrie 1981-11-19

VERSLAG 81.87 Pr.nr. 505.0590

Project: Normalisatie/harmonisatie bepaling zware metalen en spoorelementen

Onderwerp: Ringtest spoorelementen atomaire absorptie AA '81
NNI Commissie 370 10 01

Bijlage: 1

Voorgaand verslag: RZS rapport 2e serie no. 179 dd. 1979-05-07
Ringtest AA '79
RIKILT Verslag 81.23 dd. 1981-02-27

Doel:

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

Samenvatting:

Het concept normvoorschrift Onderzoekingsmethoden voor veevoeders versie 1980-11-06 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_l s_R $V_{\bar{x}}$ V_r V_a V_l en V_R.

Conclusie:

Alle onderzochte elementen zijn goed tot redelijk goed te bepalen met uitzondering van onderstaande gevallen.

K in verenmeel matig, gehalte 1100 mg/kg

Cu in lupine en verenmeel matig, gehalte resp. 4 en 12 mg/kg

Na in lupine slecht, gehalte 370 mg/kg

Ca in bloedmeel slecht, gehalte 80 mg/kg

Cu in milocorn slecht, gehalte 4 mg/kg.

Niet kwantitatief te bepalen zijn:

Na in milocorn, gehalte 110 mg/kg

Mn in bloedmeel, gehalte < 1 mg/kg

Cu in bloedmeel, gehalte 4 mg/kg.

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. 1980-11-06 is opgenomen in bijlage 1.

In de commissievergadering dd. 1981-04-29 werd naar aanleiding van het tweede ringonderzoek door verschillende leden opgemerkt, dat in de ontwerpnorm voor alle elementen een ondergrens is gegeven van 5 mg per kg, terwijl in het definitieve rapport (RIKILT 81.23) duidelijk tot uiting komt dat voor de meeste elementen gehalten < 10 mg/kg ofwel niet voorkwamen in de ringtest ofwel een ontoelaatbaar grote variatie-coëff. hadden.

Na enige discussie werd besloten bij het toepassingsgebied voor de ondergrens onderscheid te maken tussen enerzijds Na-K-Ca-Mg met een ondergrens van 500 mg per kg en anderzijds de elementen Cu-Zn-Fe-Mn met een ondergrens van 10 mg per kg en nog een derde ringtest te organiseren om de nog niet onderzochte gehalten te testen te weten:

Na $\pm$ 500 - 2000 mg/kg
K $\pm$ 500 - 2000 mg/kg (eventueel)
Mg $\pm$ 500 - 900 mg/kg (eventueel)
Zn 10 - 20 mg/kg
Fe 10 - 400 mg/kg.

Voor deze nieuwe ringtest zijn de volgende produkten gekozen:

lupine
milocorn
verenmeel
bloedmeel.

De monsters zijn door het IVVO naar de deelnemende instellingen verstuurd.

Aan het ringonderzoek hebben de volgende instellingen meegedaan:

1 IVVO
2 CABO
3 Oosterbeek

4 RIKILT
5 De Schothorst
6 DMV Campina
8 Het Spelderholt
9 UT Delfia B.V.
10 IRS Bergen op Zoom

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 drie 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:

$\bar{\bar{x}}$ = het totale gemiddelde
$s_{\bar{\bar{x}}}$ = 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
$V_{\bar{\bar{x}}}$ = 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	9000-11000	lupine, bloedmeel
Na	1100- 4300	verenmeel, bloedmeel
Mg	240- 1700	alle produkten
Ca	2500- 5100	lupine, verenmeel
Mn	12- 20	milocorn, verenmeel
Fe	390- 2800	verenmeel, bloedmeel

V_R 11-20%	"redelijk goed"	
Element	gehalte in mg/kg	
K	3700	milocorn
Ca	150	milocorn
Zn	21- 120	alle produkten
Mn	15	lupine
Fe	40- 50	lupine en milocorn

V_R 21-30%	"matig"	
Element	gehalte in mg/kg	
K	1100	verenmeel
Cu	4- 12	lupine, verenmeel

V_R 31-40%	"slecht"	
Element	gehalte in mg/kg	
Na	370	lupine
Ca	80	bloedmeel
Cu	4	milocorn

$V_R > 40\%$	niet kwantitatief te bepalen	
Element	gehalte in mg/kg	
Na	ca. 110	milocorn
Mn	< 1	bloedmeel
Cu	ca. 4	bloedmeel

Uit dit en het tweede ringonderzoek is onderstaand lijstje gemaakt met per element de gehalten (in mg/kg droge stof) die goed, matig of slecht te bepalen zijn.

Element	wel	matig	niet/slecht
K	$\geqslant$ 4000	$\leqslant$ 1100	
Na	$\geqslant$ 1000		$\leqslant$ 370
Ca	$\geqslant$ 150		$\leqslant$ 80
Mg	$\geqslant$ 250		
Zn	$\geqslant$ 20		
Mn	$\geqslant$ 7		< 1
Fe	$\geqslant$ 40		< 5

De methode kan toepasbaar geacht worden voor de gehaltes genoemd in de eerste kolom.

Cu is wisselvallig:

Cu-gehalte mg/kg	produkt	V_R %	beoordeling	RIKILT-rapport
12	verenmeel	29,9	matig	81.87
11	schapenkorrel	9,9	goed	81.23
7	vismeel	41	slecht	81.23
4	lupine	27	matig	81.87
4	milocorn	38	slecht	81.87
4	bloedmeel	62,5	niet te bepalen	81.87
3	mais	51,5	niet te bepalen	81.23
1,5	melkpoeder	71	niet te bepalen	81.23

Wil men ook hier een conclusie uit trekken dan zou deze kunnen luiden dat de methode voor Cu gehalten > 10 mg/kg toepasbaar is.

Tabel 1. Kalium in g/100 g droge stof.

Produkt		Lupine			Milocorn			Verenmeel			Bloedmeel			
Labs. An.			An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab gem.		An. gem.	Lab. gem.	Techniek
1	A	0,92	0,92	0,91	0,33	0,36	0,37	0,11	0,115	0,115	1,2	1,2	1,18	
		0,91			0,39			0,12			1,2			AA
	B	0,91	0,90		0,39	0,38		0,11	0,115		1,2	1,15		
		0,89			0,38			0,12			1,1			
2	A	0,84	0,84	0,84	0,35	0,35	0,36	0,112	0,110	0,116	—			
		0,85			—			0,109			—			AA
	B	0,83	0,83		0,38	0,38		0,124	0,122		1,27			
		0,83			0,38			0,120			—			
3	A	0,87	0,89	0,90	0,38	0,38	0,38	0,107	0,108	0,109	1,15	1,16	1,18	
		0,90			0,37			0,109			1,16			VE
	B	0,91	0,91		0,38	0,38		0,110	0,110		1,19	1,20		
		0,90			0,38			0,110			1,20			
4	A	0,86	0,87	0,86	0,33	0,32	0,33	0,088	0,090	0,091	1,18	1,17	1,14	
		0,88			0,32			0,092			1,16			VE
	B	0,87	0,86		0,34	0,34		0,089	0,092		1,12	1,10		
		0,84			0,35			0,095			1,09			
5	A	0,97	0,98	0,96	0,45	0,46	0,42	0,132	0,130	0,123	1,18	1,18	1,16	
		0,99			0,47			0,129			1,17			AA
	B	0,94	0,94		0,39	0,39		0,116	0,115		1,15	1,14		
		0,94			0,39			0,114			1,14			
6	A	0,91	0,92	0,92	0,29	0,30	0,29	0,069	0,070	0,070	1,08	1,08	1,08	
		0,93			0,30			0,072			1,09			AA
	B	0,91	0,92		0,30	0,29		0,071	0,070		1,05	1,08		
		0,94			0,28			0,069			1,12			
8	A	0,92	0,92	0,93	0,36	0,36	0,37	0,06	0,06	0,062	1,02	1,02	0,92 *	
		0,93			0,37			0,06			1,03			AA
	B	0,94	0,94		0,38	0,38		0,08	0,065		0,85	0,81		
		0,95			0,37			0,05			0,77			
9	A	0,90	0,90	0,89	0,37	0,37	0,37	0,11	0,11	0,112	1,18	1,18	1,16	
		0,91			0,37			0,11			1,18			AA
	B	0,89	0,88		0,37	0,37		0,12	0,115		1,15	1,14		
		0,87			0,37			0,11			1,14			
10	A	0,93	0,94		0,45	0,46		0,163	0,166		1,16	1,16		
		0,95			0,46			0,168			1,17			VE
	B	—			—			—			—			
		—			—			—			—			

* iets te lage waarde $\alpha < 0,05$ Dixons uitbijtertest

Tabel 2. Natrium in g/100 g droge stog

Produkt		Lupine			Milocorn			Verenmeel			Bloedmeel			
Labs. An.			An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab gem.		An. gem.	Lab. gem.	Tech-niek
1	A	0,030	0,031	0,030	0,005	0,004	0,004	0,102	0,106	0,104	0,44	0,44	0,43	
		0,032			0,003			0,111			0,44			AA
	B	0,029	0,029		0,003	0,004		0,099	0,102		0,42	0,42		
		0,029			0,006			0,106			0,42			
2	A	0,028	0,028	0,029	0,003	0,002	0,003	0,114	0,114	0,110	0,44			
		0,029			0,002			0,114			—			AA
	B	0,029	0,029		0,003	0,003		0,103	0,105		—			
		0,029			—			0,107			—			
3	A	0,034	0,032	0,031	0,001	0,001	0,001	0,110	0,112	0,111	0,46	0,45	0,45	
		0,029			0,000			0,114			0,43			VE
	B	0,030	0,031		0,001	0,001		0,109	0,110		0,45	0,45		
		0,032			0,001			0,110			0,45			
4	A	0,058	0,055	0,055	0,021	0,024	0,022	0,115	0,114	0,111	0,48	0,48	0,47	
		0,052			0,026			0,112			0,49			VE
	B	0,054	0,055		0,019	0,021		0,112	0,109		0,47	0,46		
		0,056			0,023			0,106			0,46			
5	A	0,026	0,026	0,027	0,006	0,006	0,006	0,096	0,097	0,100	0,41	0,41	0,42	
		0,026			0,006			0,098			0,40			AA
	B	0,028	0,027		0,006	0,006		0,104	0,103		0,42	0,43		
		0,027			0,005			0,102			0,43			
6	A	0,056	0,056	0,056	0,023	0,024	0,023	0,11	0,11	0,115	0,46	0,46	0,46	
		0,056			0,024			0,11			0,45			AA
	B	0,054	0,056		0,022	0,023		0,12	0,12		0,46	0,46		
		0,058			0,024			0,12			0,45			
8	A	0,02	0,02	0,02	0,02	0,015	0,012	0,10	0,10	0,095	0,45	0,44	0,41	
		0,02			0,01			0,10			0,43			AA
	B	0,02	0,02		0,01	0,01		0,10	0,09		0,40	0,38		
		0,02			0,01			0,08			0,36			
9	A	0,02	0,02	0,028	<0,01	<0,01	<0,01	0,11	0,110	0,105	0,44	0,44	0,43	
		0,02			<0,01			0,11			0,44			AA
	B	0,03	0,035		<0,01	<0,01		0,10	0,10		0,42	0,42		
		0,04			<0,01			0,10			0,42			
10	A	0,057	0,056		0,013	0,016		0,101	0,104		0,40	0,40		
		0,054			0,018			0,107			0,40			VE
	B	—			—			—			—			
		—			—			—			—			

Tabel 3. Magnesium in g/100 g droge stof.

Produkt		Lupine			Milocorn			Verenmeel			Bloedmeel		
Labs. An.			An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab gem.		An. gem.	Lab. gem.
1	A	0,17	0,17	0,175	0,14	0,14	0,14	0,039	0,040	0,040	0,025	0,025	0,025
		0,17			0,14			0,040			0,025		
	B	0,18	0,18		0,14	0,14		0,041	0,041		0,025	0,025	
		0,18			0,14			0,041			0,025		
2	A	0,167	0,166	0,166	0,135	0,135	0,134	0,041	0,040	0,040	—		
		0,166			—			0,040			—		
	B	0,165	0,165		0,134	0,133		0,040	0,040		0,027		
		0,165			0,132			0,040			—		
3	A	0,174	0,174	0,174	0,136	0,132	0,133	0,042	0,042	0,042	0,026	0,026	0,028
		0,175			0,129			0,042			0,026		
	B	0,174	0,173		0,140	0,134		0,042	0,042		0,028	0,029	
		0,172			0,127			0,041			0,030		
4	A	0,18	0,175	0,17	0,13	0,13	0,13	0,042	0,042	0,042	0,026	0,026	0,026
		0,17			0,13			0,042			0,026		
	B	0,17	0,165		0,13	0,13		0,041	0,041		0,025	0,025	
		0,16			0,13			0,041			0,025		
5	A	0,169	0,170	0,174	0,142	0,142	0,138	0,041	0,041	0,041	0,025	0,025	0,025
		0,171			0,142			0,041			0,025		
	B	0,178	0,177		0,129	0,134		0,040	0,040		0,025	0,025	
		0,176			0,139			0,040			0,025		
6	A	0,18	0,18	0,18	0,15	0,15	0,15	0,041	0,042	0,043	0,025	0,025	0,025
		0,18			0,15			0,042			0,025		
	B	0,18	0,18		0,15	0,15		0,044	0,044		0,024	0,024	
		0,18			0,15			0,044			0,025		
				**			**			**			
8	A	0,123	0,124	0,124	0,092	0,094	0,094	0,028	0,028	0,028	0,016	0,016	0,015
		0,124			0,095			0,029			0,016		
	B	0,125	0,124		0,095	0,094		0,028	0,027		0,015	0,014	
		0,123			0,094			0,026			0,014		
9	A	0,14	0,155	0,168	0,12	0,125	0,132	0,04	0,04	0,04	0,02	0,02	0,02
		0,17			0,13			0,04			0,02		
	B	0,18	0,18		0,14	0,14		0,04	0,04		0,02	0,02	
		0,18			0,14			0,04			0,02		
10	A	0,162	0,162		0,131	0,131		0,041	0,041		0,024	0,24	
		0,162			0,131			0,041			0,024		
	B	—			—			—			—		
		—			—			—			—		

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

Tabel 4. Calcium in g/100 g droge stof.

Produkt		Lupine			Milocorn			Verenmeel			Bloedmeel		
Labs. An.			An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab gem.		An. gem.	Lab. gem.
1	A	0,24	0,24	0,24	0,014	0,014	0,014	0,49	0,50	0,512	0,0075	0,0075	0,0074
		0,24			0,014			0,50			0,0075		
	B	0,25	0,25		0,015	0,015		0,55	0,52		0,0074	0,0074	
		0,25			0,015			0,50			0,0074		
2	A	0,25	0,25	0,24	0,017	0,017	0,016	0,52	0,51	0,51	—		
		0,25			—			0,51			—		
	B	0,24	0,24		0,014	0,014		0,52	0,52		0,0099		
		0,24			0,014			0,53			—		
3	A	0,25	0,25	0,25	0,015	0,015	0,016	0,51	0,52	0,53	0,009	0,0105	0,0120
		0,25			0,015			0,54			0,012		
	B	0,26	0,26		0,018	0,018		0,54	0,54		0,014	0,0135	
		0,25			0,018			0,53			0,013		
4	A	0,23	0,24	0,22	0,014	0,014	0,013	0,48	0,50	0,49	0,007	0,0065	0,0062
		0,24			0,013			0,51			0,006		
	B	0,22	0,21		0,014	0,013		0,49	0,49		0,006	0,006	
		0,20			0,012			0,49			0,006		
5	A	0,24	0,24	0,24	0,017	0,017	0,017	0,53	0,54	0,52	0,0064	0,0064	0,0069
		0,24			0,017			0,54			0,0064		
	B	0,24	0,24		0,017	0,017		0,51	0,50		0,0073	0,0074	
		0,24			0,017			0,50			0,0075		
6	A	0,23	0,24	0,24	0,020	0,020	0,020	0,53	0,53	0,53	0,012	0,0115	0,0109
		0,24			0,021			0,53			0,011		
	B	0,25	0,25		0,018	0,019		0,52	0,52		0,011	0,0103	
		0,25			0,020			0,53			0,0096		
8	A	0,26	0,24	0,25	0,02	0,02	0,05	0,49	0,48	0,48	0,01	0,01	0,01
		0,23			0,02			0,47			0,01		
	B	0,25	0,26		0,01	0,01		0,50	0,49		0,01	0,01	
		0,27			0,01			0,48			0,01		
9	A	0,24	0,24	0,25	<0,01	<0,01	<0,01	0,47	0,49	0,50	<0,01	<0,01	<0,01
		0,23			<0,01			0,51			<0,01		
	B	0,27	0,27		<0,01	<0,01		0,51	0,50		<0,01	<0,01	
		0,27			<0,01			0,50			<0,01		
10	A	0,27	0,27		0,012			0,51	0,50		0,005	0,005	
		0,27			0,012			0,49			0,005		
	B	—			—			—			—		
		—			—			—			—		

Tabel 5. Zink in mg/kg droge stof.

Produkt		Lupine			Milocorn			Verenmeel			Bloedmeel		
Labs.			An.	Lab.		An.	Lab.		An.	Lab		An.	Lab.
An.			gem.	gem.		gem.	gem.		gem.	gem.		gem.	gem.
1	A	104	102	95**	70	68	69**	189	199	200*	68	74	82**
		100			65			209			81		
	B	87	88		65	70		197	200		88	90	
		88			75			204			91		
2	A	20	23	25	16	16	16	95	95	97	16	16	15
		26			15			96			15		
	B	28	28		16	17		99	98		14	15	
		28			17			97			15		
3	A	34	34	34	21	20	20	123	122	126	20	20	21
		34			19			122			20		
	B	36	35		21	20		132	130		22	22	
		34			20			129			22		
4	A	34	38	37	20	20	19	150	150	141	25	25	24
		42			20			151			25		
	B	35	36		17	18		122	132		24	22	
		37			20			141			21		
5	A	37	38	37	23	23	23	125	122	124	21	21	22
		38			23			120			21		
	B	35	36		22	22		124	126		22	22	
		36			23			129			22		
6	A	40	40	41	22	22	24	135	132	135	24	23	23
		39			23			130			22		
	B	41	43		25	25		128	137		21	22	
		45			25			146			24		
8	A	35	35	35	20	21	21	103	104	103	27	30	30
		35			21			106			34		
		35	35		21	22		103	102		27	29	
		35			22			101			31		
9	A	37	37	36	22	22	22	137	137	124	20	20	20
		37			22			137			20		
		36	36		21	21		111	110		21	21	
		36			21			110			21		
10	A	44	41		22	22		138	142		23	21	
		38			22			147			20		
		—			—			—			—		
		—			—			—			—		

* iets te hoge waarde $\alpha < 0,05$ Dixons uitbijtertest
** te hoge waarde $\alpha < 0,01$

Tabel 6. Mangaan in mg/kg droge stof

Produkt		Lupine			Milocorn			Verenmeel			Bloedmeel		
Labs. An.			An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab gem.		An. gem.	Lab. gem.
1	A	15	15,5	15,2	12	12,5	12,2	21	21	21	0,28	0,28	0,34
		16			13			21			0,28		
	B	15	15		12	12		22	22		0,53	0,40	
		15			12			21			0,28		
2	A	15,0	15,2	15,0	11,8	12,0	12,2	20	20	20	0,0	0,0	0,05
		15,5			12,1			19			0,0		
	B	14,9	14,7		12,1	12,4		20	20		0,19	0,1	
		14,5			12,6			19			0,0		
3	A	16	16	16	13	12,5	12,2	22	22	21	0,20	0,24	0,24
		16			12			21			0,28		
	B	16	16		12	12		21	21		0,30	0,24	
		16			12			21			0,17		
4	A	17	16	13,8	13	13	12,2	21	22	21	0,61	0,61	<0,6
		15			13			23			0,61		
	B	11	11,5		11	11,5		20	20		<0,5	<0,5	
		12			12			20			<0,5		
5	A	15,7	15,7	15,8	12,9	12,8	12,9	20	20	20	<1	<1	<1
		15,7			12,6			20			<1		
	B	15,8	16,0		13,0	13,0		21	20		<1	<1	
		16,2			13,1			20			<1		
6	A	16	16	16	13	13	13,5	20	20	20	0,5	0,5	0,5
		16			13			20			0,5		
	B	16	16		14	14		20	20		0,5	0,5	
		16			14			21			0,5		
8	A	13,3	13,2	12,5	11,1	11,3	10,4	17	18	17*	<1	<1	<1
		13,2			11,5			18			<1		
	B	12,1	11,8		9,5	9,5		16	16		<1	<1	
		11,6			9,5			16			<1		
9	A	16	16	16,5	14	14	14	21	22	21	<1	<1	<1
		16			14			22			<1		
	B	17	17		14	14		20	20		<1	<1	
		17			14			20			<1		
10	A	17,3	17,3		13,1	13,1		21	21		<5	<5	
		17,3			13,1			21			<5		
	B	—			—			—			—		
		—			—			—			—		

* iets te lage waarde $\alpha < 0,05$ Dixons uitbijtertest

Tabel 7. Koper in mg/kg droge stof.

Produkt		Lupine			Milocorn			Verenmeel			Bloedmeel		
Labs.			An.	Lab.		An.	Lab.		An.	Lab		An.	Lab.
An.			gem.	gem.		gem.	gem.		gem.	gem.		gem.	gem.
1	A	3,5	3,4	3,3	3,2	3,2	3,3	7,7	9,1	9,2	3,1	2,8	3,1
		3,2			3,3			10,5			2,6		
	B	3,0	3,3		3,3	3,4		8,4	9,3		3,0	3,4	
		3,6			3,6			10,2			3,7		
2	A	5,1	5,5	5,4	4,9	4,5	4,5	16,3	15,9	16,2	6,4	6,4	6,4
		6,0			4,0			15,5			6,4		
	B	5,2	5,2		4,7	4,7		16,6	16,5		6,4	6,4	
		5,3			4,7			16,4			6,4		
3	A	3,7	3,6	3,9	2,8	2,8	2,8	12,8	11,0	11,2	5,3	4,3	3,6
		3,6			2,9			9,2			3,3		
	B	4,3	4,2		2,9	2,8		11,4	11,4		3,0	3,0	
		4,1			2,8			11,3			2,9		
4	A	3,4	3,3	3,3	3,0	2,9	2,8	11	10,5	10,5	2,4	2,2	2,2
		3,2			2,8			10			2,1		
	B	3,8	3,4		2,6	2,6		11	10,5		2,2	2,2	
		2,9			2,6			10			2,3		
5	A	2,6	2,8	3,3	3,5	3,6	3,9	10,6	12,4	9,3	1,5	1,8	2,3
		3,0			3,7			14,1			2,0		
	B	3,7	3,8		4,0	4,2		6,0	6,2		2,5	2,8	
		3,8			4,4			6,5			3,0		
6	A	6,4	6,2	6,2	5,8	6,1	5,4	18	16	16,2	8,8	8,9	9,7
		6,1			6,4			14			9,0		
	B	5,8	6,1		4,2	4,8		18	16,5		10,0	10,6	
		6,4			5,4			15			11,1		
8	A	4,2	4,6	4,7	7,4	6,8	6,4	13,5	13,7	14,0	6,7	5,6	7,0
		4,9			6,2			13,9			4,6		
	B	5,0	4,8		5,4	6,0		15,9	14,4		8,6	8,4	
		4,6			6,6			12,8			8,2		
9	A	3	3	3	2	2	1,8	9	9	7,8	2	2	2,5
		3			2			9			2		
	B	3	3		2	1,5		6	6,5		3	3	
		3			1			7			3		
10	A	5,2	5,2		3,7	3,7		9,4	10,2		3,8	3,0	
		5,2			3,7			11,1			2,2		
	B	—			—			—			—		
		—			—			—			—		

Tabel 8. IJzer in mg/kg droge stof.

Produkt	Lupine			Milocorn			Verenmeel			Bloedmeel		
Labs. An.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab. gem.		An. gem.	Lab gem.		An. gem.	Lab. gem.
1 A	52	52	52	44	44	44	400	394	422	3020	3020	3040
	52			43			387			3020		
B	52	52		45	44		455	451		3050	3065	
	51			43			447			3080		
2 A	51	50	47	40	40	40	363	370	361	2280	2435	2570
	50			41			378			2590		
B	38	43		40	40		357	352		2700	2710	
	48			39			347			2720		
3 A	40	41	43	32	32	34	336	340	355	2420	2470	2580
	42			31			345			2520		
B	44	44		36	36		378	370		2700	2685	
	45			36			363			2670		
4 A	47	48	45	33	35	34	420	400	402	3100	3150	3050
	49			37			380			3200		
B	45	42		30	33		400	405		2800	2950	
	40			36			410			3100		
5 A	53	54	53	46	46	45	414	422	400	3150	3135	3150
	54			46			429			3120		
B	52	53		43	44		373	378		3190	3155	
	54			44			384			3120		
6 A	62	62	61	45	45	45	416	416	423	2970	2915	2830
	61			45			415			2860		
B	62	61		47	45		419	430		2740	2750	
	60			43			442			2760		
8 A	46	46	46	35	36	37	338	340	356	2760	2765	2550
	47			37			342			2770		
B	46	46		37	37		413	371		2420	2335	
	47			37			329			2250		
9 A	48	48	48	37	37	38	370	372	363	2890	2900	2880
	47			37			374			2910		
B	49	48		38	38		354	354		2870	2870	
	48			38			354			2870		
10 A	59	59		40	41		428	425		2800	2830	
	59			42			422			2860		
B	—			—			—			—		
	—			—			—			—		

Tabel 9. Spreidingen

9.1 Kalium

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficiënt				
		gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	$\bar{\bar{x}}$	$s_{\bar{\bar{x}}}$	s_r	s_a	s_1	s_R	$V_{\bar{\bar{x}}}$	V_r	V_a	V_1	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Verenmeel	1070	100	61	22	300	310	9,5	5,7	2,1	28,3	28,9
Milocorn	3740	160	120	180	450	490	4,2	3,2	4,7	11,9	13,2
Lupine	9060	130	130	110	370	410	1,4	1,4	1,2	4,1	4,5
Bloedmeel 1)	11200	310	270	560	770	990	2,8	2,4	5,0	6,9	8,8

1) zonder laboratorium 2, slechts één analyseresultaat.

Tabel 9. Spreidingen

9.2 Natrium

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	Variatiecoëfficiënt 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	%	%	%	%	%
Milocorn 1)	108	31	24	afw.	88	91	28,9	22,2	afw.	81	84
Lupine	370	48	24	32	140	150	13,1	6,6	8,6	38,6	40,1
Verenmeel	1060	21	44	40	51	78	1,9	4,1	3,8	4,8	7,3
Bloedmeel 2)	4330	89	100	160	220	290	2,1	2,4	3,8	5,0	6,7

1) zonder laboratorium 9, gehalte < 100 mg/kg

2) zonder laboratorium 2, slechts één analyseresultaat

Tabel 9. Spreidingen

9.3 Magnesium

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficiënt				
		gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	$\bar{\bar{x}}$	$s_{\bar{x}}$	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	%	%	%	%	%
Bloedmeel [1]	234	13,8	4,3	8,3	38	40	5,9	1,9	3,5	16,5	17,0
Verenmeel	395	15,0	5,0	7,8	45	46	3,8	1,3	2,0	11,3	11,5
Milocorn	1310	51	35	32	150	160	3,9	2,6	2,5	11,4	12,0
Lupine	1660	55	56	58	160	180	3,3	3,4	3,5	9,6	10,7
Zonder laboratorium 8											
Bloedmeel [1]	245	8,6	4,2	8,0	22	24	3,5	1,7	3,3	8,9	9,7
Verenmeel	410	3,3	3,5	7,9	7,4	11,4	0,8	0,9	1,9	1,8	2,8
Milocorn	1360	23	36	34	58	77	1,7	2,7	2,5	4,3	5,6
Lupine	1710	20	59	61	24	88	1,2	3,5	3,6	1,4	5,2

1) zonder laboratorium 2, slechts één analyseresultaat

Tabel 9. Spreidingen

9.4 Calcium

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficiënt				
		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	%	%	%	%	%
Bloedmeel 1)2)	84	9,9	7,1	7,6	25	27	11,8	8,5	9,2	30,3	32,8
Milocorn 2)	154	8,4	5,6	27	14	31	5,5	3,6	17,7	8,9	20,1
Lypine	2470	42	76	110	96	160	1,7	3,1	4,3	3,9	6,5
Verenmeel	5090	55	150	41	140	210	1,1	3,0	0,8	2,7	4,1

1) zonder laboratorium 2, slechts één analyseresultaat

2) zonder laboratorium 9, gehalte < 100 mg/kg

Tabel 9. Spreidingen

9.5 Zink

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficiënt				
		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_1	s_R	$V_{\bar{x}}$	V_r	V_a	V_1	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Milocorn	20,8	0,85	0,79	0,66	2,3	2,5	4,1	3,8	3,2	11,1	12,2
Bloedmeel	22,0	1,4	1,7	afw.	4,0	4,3	6,6	7,7	afw.	18,2	19,7
Lupine	35,9	1,7	2,5	afw.	4,7	5,3	4,8	6,9	afw.	13,2	14,9
Verenmeel	124	5,9	5,5	7,7	15,4	18,1	4,7	4,4	6,2	12,4	14,6

Alle monsters zonder laboratorium 1

Tabel 9. Spreidingen

9.6 Mangaan

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	Variatiecoëfficiënt gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	s_r	s_a	s_1	s_R	$V_{\bar{x}}$	V_r	V_a	V_1	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Bloedmeel 1)	0,34	0,09	0,08	0,025	0,20	0,22	27,2	23,2	7,5	60	64
Milocorn	12,5	0,34	0,32	0,59	0,93	1,14	2,7	2,5	4,7	7,4	9,1
Lupine	15,4	0,48	0,44	1,10	1,20	1,70	3,1	2,8	7,2	7,8	11,0
Verenmeel	20,2	0,47	0,58	0,60	1,33	1,57	2,3	2,9	3,0	6,6	7,7

1) zonder de laboratoria 5, 8 en 9 gehalte < 1 mg/kg en lab. 10 gehalte < 5 mg/kg

Tabel 9. Spreidingen

9.7 Koper

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking					Variatiecoëfficiënt				
		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	%	%	%	%	%
Milocorn	3,9	0,48	0,44	0,28	1,4	1,5	12,4	11,3	7,3	36,4	38,8
Lupine	4,3	0,38	0,31	0,17	1,1	1,2	8,9	7,3	4,0	26,4	27,7
Bloedmeel	4,4	0,88	0,67	0,76	2,6	2,8	20,0	15,2	17.1	58,2	62,5
Verenmeel	11,6	1,04	1,5	1,2	2,9	3,5	8,9	12,9	10,0	25,0	29,9

Tabel 9. Spreidingen

9.8 IJzer

Monster	Gemiddeld gehalte	Standaardafwijking gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal	Variatiecoëfficiënt gem. geh.	binnen anal.	tussen anal.	tussen lab.	totaal
	$\bar{x}$	$s_{\bar{x}}$	s_r	s_a	s_1	s_R	$V_{\bar{x}}$	V_r	V_a	V_1	V_R
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	%	%	%	%	%
Milocorn	39,6	1,5	1,6	0,60	4,3	4,6	3,7	4,0	1,5	10,8	11,6
Lupine	50,5	2,1	2,0	1,9	6,1	6,7	4,2	4,0	3,7	12,1	13,3
Verenmeel	390	10	17	17	27	36	2,6	4,4	4,4	6,9	9,3
Bloedmeel	2830	75	86	130	200	250	2,6	3,0	4,8	7,1	9,0

Tabel 10. Overzicht van de totale variatiecoëfficiënten V(R)

Veevoeder	Lupine		Milocorn		Verenmeel		Bloedmeel	
Element	gehalte	V(R)	gehalte	V(R)	gehalte	V(R)	gehalte	V(R)
	mg/kg	%	mg/kg	%	mg/kg	%	mg/kg	%
K	9100	4,5	3700	13,2	1100	28,9	11000	8,8
Na	370	40,1	110	84	1100	7,3	4300	6,7
Mg 1)	1700	5,2	1400	5,6	410	2,8	240	9,7
Ca	2500	6,5	150	20,1	5100	4,1	80	32,8
Zn	36	14,9	21	12,2	120	14,6	22	19,7
Mn	15	11,0	12	9,1	20	7,7	0,34	64
Cu	4,3	27,1	3,9	38,8	11,6	29,9	4,4	62,5
Fe	50	13,3	40	11,6	390	9,3	2800	9,0

1) zonder laboratorium 8

Met laboratorium 8

Mg	1700	10,7	1300	12,0	400	11,5	230	17,0

Bijlage 1

ONDERZOEKINGSMETHODEN VOOR VEEVOEDERS (Verbeterde versie 6-11-1980)

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 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 geëtste 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 Glaswerk, van een goede kwaliteit hard borosilicaatglas, vooraf uitgekookt met zoutzuur (6.2) en gespoeld met water (6).

5.4 Electrische kookplaat

5.5 Waterbad ca. 95° C

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

5.7 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.

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 ($NH_4Fe(SO_4)_2.12\ H_2O$); 392,8 mg koper(II)sulfaat ($CuSO_4.5\ H_2O$); 307,7 mg mangaansulfaat ($MnSO_4.H_2O$) en 439,8 g zinksulfaat ($ZnSO_4.7\ H_2O$) 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 1000 ml. 1 ml van deze stamoplossing bevat 100 µg van elk der spoorelementen.
Men kan ook uitgaan van geschikte in de handel verkrijgbare stamoplossingen.

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 ($MgSO_4.7\ H_2O$) 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.
Men kan ook uitgaan van geschikte in de handel verkrijgbare stamoplossingen.

6.8 Standaardoplossingen 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 (6.2) 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 (6.2) en spoel de oplossing met behulp van 5 ml porties water kwantitatief over in een maatkolf van 50 ml.

7.1.7. Laat afkoelen, 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 Atoom absorptie spectrometrie

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 3 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 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

Het verschil tussen de resultaten van twee bepalingen, nagenoeg tegelijkertijd uitgevoerd in enkelvoud door dezelfde analist, mag niet groter zijn dan 15 % van de gemiddelde waarde van die twee bepalingen.

10. Reproduceerbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van twee geheel onafhankelijk van elkaar in verschillende laboratoria in enkelvoud uitgevoerde bepalingen mag ten hoogste 40 % bedragen van het gemiddelde van deze bepalingen.

11. Verslag

Vermeld in het verslag het gehalte aan het bepaalde element als gemiddelde van twee bepalingen. Druk het uiteindelijke resultaat uit in mg of g per kg en wel voor gehalten van 5-9,9 mg per kg tot op 0,1 mg; voor gehalten van 10-99 mg per kg tot op 1 mg; voor gehalten van 0,10-0,99 g per kg tot op 0,01 g; voor gehalten van 1,0-9,9 g per kg tot op 0,1 g en voor gehalten van 10-99 g per kg tot op 1 g.

Vermeld of het gehalte is weergegeven per kg oorspronkelijk materiaal of per kg droge stof.

12. Aanhangsel - De bepaling van kalium en natrium met behulp van vlamemissie spectrometrie

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. 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). Kies de verdunningen zodanig dat bij meting ten opzichte van een blanko-oplossing een rechte lijn wordt verkregen.

Meting van de monsteroplossing - Verdun een hoeveelheid van de monsteroplossing (7.1.7) en blanko-oplossing (7.1.8). 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.

12.3. Berekening

Als 8.

12.4 Herhaalbaarheid

Als 9.

12.5 Reproduceerbaarheid

Als 10.

12.6 Verslag

Als 11.