



RAPPORT 86.45

Pr.nr. 505.6000/  
505.0500

Projekt: - Ontwikkeling en verbetering van onderzoekmethoden voor melk- en zuivelprodukten;  
- Ontwikkeling methoden voor het aantonen en bepalen van diverse zware metalen en spoorelementen.

Onderwerp: Bepaling van titaandioxide in melkpoeder.

Bijlagen: 5.

---

Doel:

Onderzoek naar een geschikte methode voor de bepaling van titaandioxide in melkpoeder.

Samenvatting:

In het kader van Verordening (EEG) nr. 3714/84 dienen aan gedeeltelijk ontroomde melkpoeder (10% vet), dat voor steun in aanmerking wordt gebracht, titaandioxide (1000 mg/kg) of een lithiumzout (4 mg Li/kg) en butylhydroxytolueen (130 mg/kg) als merkstoffen te worden toegevoegd.

Voor de bepaling van het gehalte aan titaandioxide zijn twee spectrofotometrische methoden beproefd. Bovendien werd onderzocht of titaandioxide bepaald kan worden met behulp van ICP-AES.

Conclusie:

De drie onderzocht methoden zijn geschikt voor de bepaling van titaandioxide in melkpoeder. Vanwege de eenvoud heeft de spectrofotometrische methode met kleuring door middel van peroxide de voorkeur.

---

Verantwoordelijk: drs N.G. van der Veen en dr G. Vos *GV*  
Samenstellers : A.M.J. Sledsens en dr G. Vos *AS*  
Medewerkers : A.M.G. van Betteray-Kortekaas en C. Onstenk  
Projectleiders : drs N.G. van der Veen en W. van Delft *AD*

## 1. Inleiding

Met de publicatie van Verordening (EEG) nr. 2128/84 (betr. wijziging van Vo (EEG) nr. 986/68) is het mogelijk geworden steun te verlenen voor het melkvet van door een zuivelfabriek rechtstreeks uit vloeibare melk geproduceerd melkpoeder met een vetgehalte tussen 9 en 11% (gedeeltelijk ontroomde melkpoeder), dat geen karnemelkpoeder bevat en overeenkomstig het bepaalde in Vo (EEG) nr. 1725/79 is gedenatureerd of rechtstreeks is verwerkt in diervoeders.

Eveneens is het mogelijk geworden steun te verlenen voor het melkvet in melk met een vetgehalte tussen 0,8 en 1% (gedeeltelijk ontroomde melk) dat overeenkomstig het bepaalde in Vo (EEG) nr. 1725/79 rechtstreeks is verwerkt in diervoeders.

Met de publicatie van Vo (EEG) nr. 3714/84 dd. 21 dec. 1984 heeft de Europese Commissie de uitvoeringsbepalingen bekend gemaakt inzake de toekenning van steun voor gedeeltelijk ontroomde melkpoeder en gedeeltelijk ontroomde melk, bestemd voor de verwerking in diervoeders. De uitvoering in Nederland geschiedt op basis van het bepaalde bij of krachtens de Landbouwwet.

Het Produktschap voor Zuivel is belast met de uitvoering van de regeling.

Het toezicht op de produktie van het gedeeltelijk ontroomde melkpoeder en de permanente controle op de rechtstreekse verwerking van gedeeltelijk ontroomde melk in diervoeders wordt uitgeoefend door de Algemene Inspectiedienst (AID).

Het onderzoek van de door de AID genomen monsters en eventueel van voor nader onderzoek in het kader van bedrijfszelfcontrole getrokken monsters zal geschieden door het RIKILT.

Bij de vervaardiging van gedeeltelijk ontroomde melkpoeder dient volgens bijlage II van Vo (EEG) 3714/84 als merkstof aan 1000 kg melkpoeder o.a. ten minste 1000 g titaandioxide of 4 g lithium in de vorm van een zout te worden toegevoegd.

Voor de bepaling van titaandioxide is door het Zuivelcontroleinstituut Leusden, een ontwerp-analysemethode opgesteld, die is gebaseerd op de AOAC methode 1.038 (kleuring met tiron, zie bijlage 1) en door het RIKILT een methode, die is gebaseerd op de AOAC methode 25.164 (kleuring met peroxide, zie bijlage 2).

Door Coberco werd een proefpartij gedeeltelijk ontroomde melkpoeder gemaakt, waaraan titaandioxide werd toegevoegd. Van deze partij werden monsters gezonden naar het ZCI en het RIKILT.

## 2. Uitvoering onderzoek spectrofotometrische methoden

Het ZCI heeft dit monster geanalyseerd volgens de methode, beschreven in bijlage 1 en de afd. AC (RIKILT) volgens de methode, beschreven in bijlage 2 (zie ijklijn en analyseresultaten in bijlage 3).

Bovendien werd door de afd. ACON in dit monster het gehalte bepaald met behulp van ICP-AES (zie hoofdstuk 3: uitvoering onderzoek m.b.v. ICP-AES).

Resultaten, mg/kg:	ZCI	AC	ACON
	828	820	
	822	836	
		820	
Gemiddeld		825	837* 805**

\* Verassing bij 450°C, smelt met  $K_2S_2O_7$

\*\* Verassing bij 850°C, destructie met  $H_2SO_4$

De overeenstemming tussen de verschillende methoden is goed te noemen. Verder werd in twee praktijkmonsters het titaangehalte bepaald zowel met de tiron-methode (bijlage 1) als met de peroxide-methode (bijlage 2).

Resultaten monster	Peroxide-methode mg/kg	Tiron-methode mg/kg
21913	1016-1037	1093-1052
21915	1855	1878-1865

De resultaten van deze twee methoden zijn niet significant van elkaar verschillend.

Vanwege de eenvoud wordt aan de peroxide-methode de voorkeur gegeven.



### 3. Uitvoering onderzoek met behulp van ICP-AES

#### 3.1 Experimenteel gedeelte

Voor de atomaire emissiemetingen van Ti werd gebruik gemaakt van een Perkin Elmer ICP-AES 6000 systeem. De monsters werden via een peristaltische pomp in het systeem gebracht om een constante monsterflow te bewerkstelligen. Er werd gebruik gemaakt van een cross-flow verstuiver.

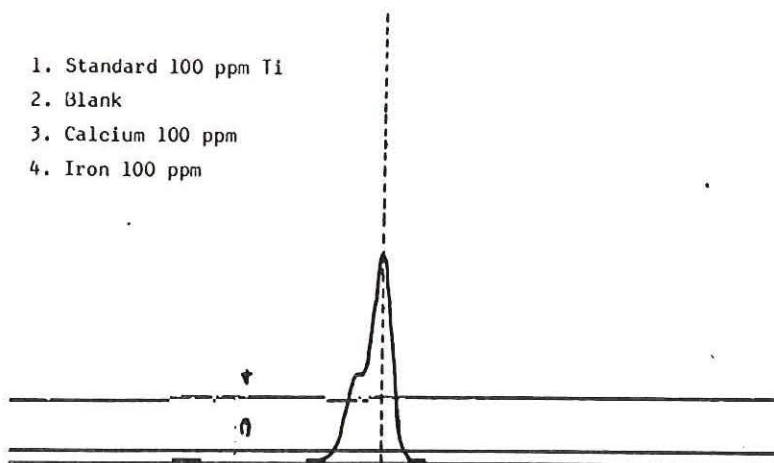
De instelling van de verschillende ICP-parameters was als volgt:

- Pumpsnelheid slangenpomp: 1 ml/min.
- Plasmaflow: 15 l/min.
- Auxiliary flow: 0,5 l/min.
- Voordruk verstuiver: 22 psi.
- RF-power: 1,25 kW
- Reflected power: < 5 W.

Voor de destructies van de monsters werden doorzichtige kwartskroesjes gebruikt. De gebruikte chemicaliën waren van analytisch zuivere kwaliteit.

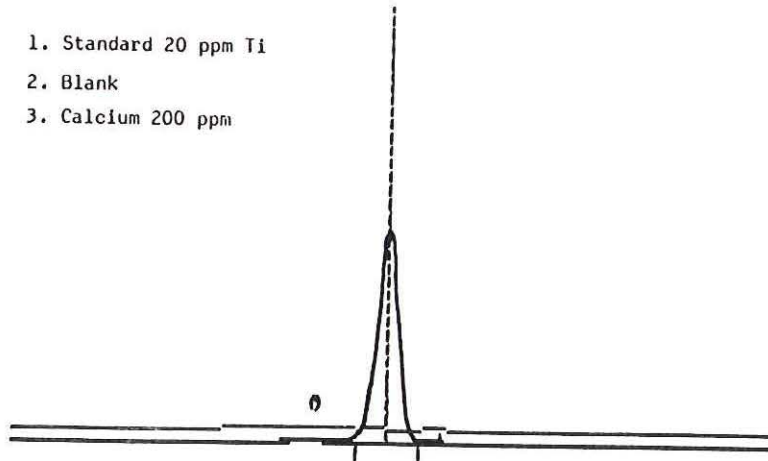
#### 3.2 Meting van Ti m.b.v. ICP-AES

De meest intensieve emissielijnen van Ti liggen, in volgorde van afnemende gevoeligheid, bij 334,941 nm, 336,121 nm en 338,376 nm. Deze emissielijnen zijn alle drie afkomstig van ionovergangen.



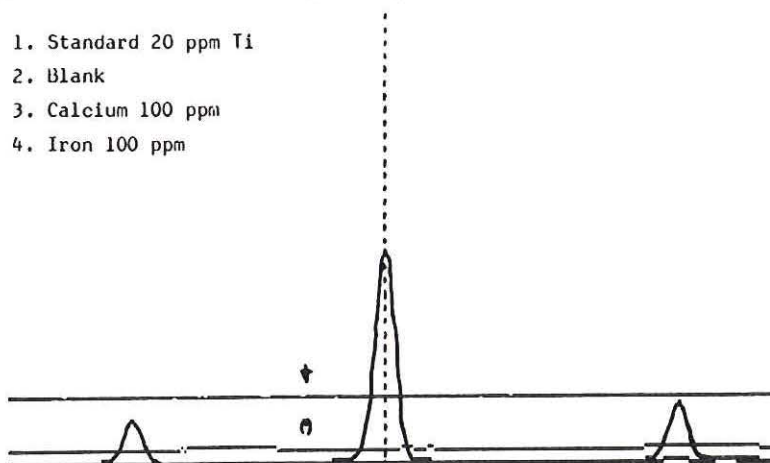
Figuur 1. Ti-emissielijn bij 334,941 nm.

Zoals in figuur 1 is geïllustreerd treedt bij de meest gevoelige emissielijn (334,941 nm) spectrale interferentie op door gedeeltelijke overlap met een mindere intensieve emissielijn bij 334,904 nm. Deze emissielijn is derhalve minder geschikt voor een kwantitatieve bepaling van titaan.



Figuur 2. Ti-emissiesignaal bij 336,121 nm.

In figuur 2 is het emissiesignaal van Ti bij 336,121 nm weergegeven. De verhouding tussen het emissiesignaal en de Ti-concentratie blijkt lineair tot minimaal 100 mg Ti/l. Storingen zouden bij deze emissielijn op kunnen treden door een gestructureerde background en door een nabijgelegen (336.19 nm) zwakke Ca-lijn. Bij toepassing van een dubbelzijdige achtergrondcorrectie blijkt de eventueel gestructureerde achtergrond de kwaliteit van de metingen niet nadelig te beïnvloeden. De aanwezigheid van de 200 mg Ca/l bleek geen significante invloed te hebben op het emissiesignaal van 20 mg Ti/l. De 336,121 nm lijn lijkt derhalve geschikt voor de bepaling van Ti.



Figuur 3. Ti-emissielijn bij 338,376 nm.

In figuur 3 is het Ti-emissiesignaal bij 338,376 nm weergegeven. Het lineaire meetbereik loopt ook bij deze golflengte tot minimaal 100 mg Ti/l. De invloed van Ca- en Fe-storingen zijn gering, waardoor ook deze emissielijn geschikt is voor de bepaling van Ti. De emissielijn bij 336,121 nm is echter toegepast bij verder onderzoek i.v.m. een hogere gevoeligheid.

De invloed van de observatiehoogte boven de spoel op de gevoeligheid van het emissiesignaal bleek gering. De relatieve emissie-intensiteiten bij de verschillende observatiehoogten bedroegen: 10 mm: 84%, 11 mm: 90%, 12 mm: 95%, 13 mm: 95%, 14 mm: 99%, 15 mm: 100%, 16 mm: 95% en 17 mm: 86%. Voor het verdere onderzoek is een observatiehoogte van 15 mm toegepast.

### 3.3 Destructiemethoden

3.3.1 In eerste instantie werd voor de melkpoeders een destructiemethode toegepast, waarbij 1 g monster gedurende 8 à 9 uur werd verast bij 450°C. Aan de asrest werd 5 ml gec. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> toegevoegd, waarna werd verwarmd tot 150°C. De oplossing werd overgespoeld in een maatkolf en met water aangevuld tot 100 ml. De troebele oplossing werd voor de meting gefiltreerd om verstopping van de verstuiver te voorkomen. Bij toepassing van deze destructiemethode werd in het onderzochte melkpoedermonster een gemiddeld titaangehalte van 295 mg/kg gevonden, hetgeen overeenkomt met een TiO<sub>2</sub>-gehalte van ca. 490 mg/kg. Een, door het Zuivelcontrole-instituut uitgevoerde analyse leverde een gemiddeld TiO<sub>2</sub>-gehalte van 825 mg/kg op. De toegepaste destructiemethode zou derhalve leiden tot een verlies van ca. 40%. De ongeschiktheid van deze destructiemethode werd bevestigd door het feit, dat ook Ti-toevoegingen aan het monster vóór de destructie, onvolledig werden teruggevonden. Deze lage recoveries zijn vermoedelijk toe te schrijven aan het onvolledig oplossen van Ti na de destructie.

3.3.2 Om tot een helder monsterdestruaat te komen werd bovenstaande destructiemethode gemodificeerd. Na de droge verassing werd 5 g K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>7</sub> aan de asrest toegevoegd, waarna op een vlam een heldere smelt werd gemaakt. Na afkoelen werd de smelt, onder verwarmen, opgelost in 10 ml 1:1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. De asrest werd overgespoeld in een maatkolf en met water



verdund tot 100 ml. Op deze wijze werd een helder destruaat verkregen. Bij toepassing van deze destructiemethode werd in het monster melkpoeder een gemiddeld  $TiO_2$ -gehalte van 837 mg/kg gevonden, hetgeen goed overeenkomt met het door het ZCI gerapporteerde gehalte (825 mg/kg).

3.3.3 Bij meting van het Ti-gehalte met behulp van ICP-AES in de destruataten, welke verkregen waren via de door de afdeling Algemene Chemie ontwikkelde destructiemethode (zie bijlage 2), werd een gemiddeld  $TiO_2$ -gehalte van 805 mg/kg gevonden, hetgeen impliceert, dat ook deze destructiemethode voldoet voor de bepaling van Ti in melkpoeders m.b.v. ICP-AES.

#### 3.4 Herhaalbaarheid en detectiegrens van de ICP-AES methode

Meervoudige analyse van het beschikbare monster melkpoeder leverde een gemiddeld  $TiO_2$ -gehalte op van 837 mg/kg met een variatiecoëfficiënt van 6,2%. Bij de metingen werd een standaardadditieprocedure toegepast. Bij recovery-experimenten werd een gemiddeld terugvindingspercentage van 114% verkregen. De detectiegrens van de methode lag, indien berekend op basis van  $3\sigma$  van de blancobepaling, op 0,1 mg Ti/kg.

#### 4. Conclusie

Het titaandioxide-gehalte in melkpoeders kan bepaald worden, zowel volgens de tironmethode als volgens de peroxide-methode en eveneens met behulp van ICP-AES.

Alleen vanwege de eenvoud heeft de peroxide-methode de voorkeur.



## MELKPOEDER - BEPALING VAN HET GEHALTE AAN TITAANDIOXIDE

## Ontwerp-methode

1. ONDERWERP EN TOEPASSINGSGEBIED

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan titaandioxide van melkpoeder.\*

2. DEFINITIE EN UITDRUKKINGSWIJZE

Titaandioxidegehalte: de massafractie bestanddelen, bepaald volgens de beschreven werkwijze en uitgedrukt in  $\mu\text{g}$  titaandioxide per kg.

3. BEGINSEL

Een bekende hoeveelheid van het (verdunde) monster wordt gedroogd, verkoold en verast. Aan de as wordt kaliumdisulfaat toegevoegd en van het verkregen mengsel wordt een smelt gemaakt. De smelt wordt opgelost in verdund zwavelzuur en met water verdund tot een bekend volume.

Een deel van deze oplossing wordt op pH 4,5 à 5,0 gebracht en vervolgens wordt er tiron aan toegevoegd. Bij aanwezigheid van titaan wordt een geel complex gevormd; de concentratie hiervan wordt fotometrisch bepaald.

4. REAGENTIA4.1 Bufferoplossing, pH = 4,7

Los 4,1 g watervrij natriumacetaat ( $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2\text{Na}$ ) op in water. Voeg 3 ml geconcentreerd azijnzuur (96% m/m) toe en verdun tot 100 ml. Controleer de pH van de verkregen oplossing en stel deze zo nodig bij.

4.2 Tironoplossing

Los 4 g Tiron (dinatrium-1,2-dihydroxybenzeen-3,5-disulfonaatmonohydraat;  $\text{C}_6\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) op in water, verdun tot 100 ml en meng.

4.3 Kaliumdisulfaat ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$ )4.4 Natriumdithioniet ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ )4.5 Zwavelzuur, ca. 10 mol/l

Voeg 50 ml geconcentreerd zwavelzuur ( $\rho_{20} = 1,84 \text{ g/ml}$ ) toe aan 50 ml water en meng.

4.6 Ammonia, ca. 25% ( $\rho_{20} = 0,91 \text{ g/ml}$ )4.7 Ammonia, ca. 1 mol/l

Verdun 7,5 ml ammonia (4.6) tot 100 ml en meng.

4.8 Standaardoplossing van titaandioxide

Weeg 0,1250 g titaandioxide ( $\text{TiO}_2$ ) en 2 g kaliumdisulfaat (4.3) af in een platina kroes. Verhit de kroes met behulp van de bunsenbrander langzaam totdat de inhoud vloeibaar wordt en het mengsel begint te koken. Zet de milde verhitting voort totdat geen kookverschijnselen meer optreden.

\* Aan gedeeltelijk ontroomde melkpoeder (10% melkvet), die in het kader van de ontwerp EEG-verordening .... wordt aangeboden dient titaandioxide (of een lithiumpoeder) en canthaxanthine te worden toegevoegd.

Verhit de kroes vanaf dit moment zo intensief mogelijk totdat een zachtgele heldere smelt is verkregen.

N.B. Bij deze intensieve verhitting treedt een sterke rookontwikkeling op.

Laat de kroes afkoelen en breng met porties zwavelzuur van ca. 10 ml de inhoud van de kroes met behulp van een roerstaaf en een trechter kwantitatief over in een maatkolf van 1000 ml. Het losmaken van de smelt van de kroes wordt bevorderd door verwarmen van de kroes met zwavelzuur op het waterbad.

Gebruik bij het overbrengen in totaal 50 ml zwavelzuuroplossing. Verdun de oplossing met water tot 1000 ml en meng.

## 5. TOESTELLEN, GLASWERK EN HULPMIDDELEN

- 5.1 Balans, waarop tot op 1 mg kan worden gewogen
- 5.2 Kokend-waterbad, voorzien van een bovenplaat met ringen
- 5.3 Elektrische verwarmingsplaat
- 5.4 Elektrische oven, ingesteld op een temperatuur van ca. 550°C
- 5.5 pH-meter
- 5.6 Maatkolven van 50, 100 en 250 ml
- 5.7 Volpipetten van 5, 10, 15 en 20 ml
- 5.8 Maatpipetten van 5 en 10 ml
- 5.9 Bekerglazen van 50 en 100 ml
- 5.10 Roerstaven van glas
- 5.11 Kroes van platina, middellijn ca. 50 mm, hoogte ca. 25 mm
- 5.12 Rondfilter van kwantitatief filtreerpapier met dezelfde middellijn als de kroes
- 5.13 Trechters van kunststof met korte steel, middellijn ca. 8 cm
- 5.14 Bunsenbrander

## 6. VOOREECHANDELING VAN HET MONSTER

Behandel het monster voor volgens ontwerp-NEN 6802.

## 7. WERKWIJZE

- 7.1 Weeg ca. 25 g van het analysemonster tot op 0,01 g af in een bekeerglas van 100 ml.
- 7.2 Voeg ca. 25 ml water van ca. 50°C toe en suspendeer het monster met behulp van een roerstaaf.



- 7.3 Breng de inhoud van het bekersglas met behulp van water kwantitatief over in een maatkolf van 250 ml. Koel de maatkolf af tot kamertemperatuur, vul aan met water en meng.
- 7.4 Schud de maatkolf intensief om uitzakken van het titaandioxide te voorkomen en pipetteer onmiddellijk hierna 10 ml van de oplossing in een platina kroes.
- 7.5 Droog de inhoud van de kroes op het waterbad. Bedek de inhoud van de kroes met het filter. Verkoel het monster met behulp van de verwarmingsplaat, plaats de kroes in de oven en gloei totdat een wit residu is verkregen.
- 7.6 Koel de kroes af. Breng 5 g kaliumdisulfaat in de kroes en bereid een smelt als omschreven in 4.8.  
Laat de kroes afkoelen en voeg 10 ml warme zwavelzuuroplossing toe. Breng de inhoud van de kroes met behulp van water, een roerstaaf en een trechter kwantitatief over in een maatkolf van 100 ml. Koel de maatkolf af tot kamertemperatuur; vul aan met water en meng.
- 7.7 Pipetteer 5 ml van de volgens 7.6 verkregen oplossing in een bekersglas van 50 ml. Voeg 5 ml tironoplossing (4.2) toe en breng de pH op 4,5 à 5,0 met behulp van ammonia (4.6).
- 7.8 Breng de inhoud van het bekersglas kwantitatief over in een maatkolf van 50 ml. Voeg achtereenvolgens ca. 25 mg natriumdithioniet (4.4) en 5 ml bufferoplossing (4.1) toe. Los de natriumdithioniet op door zwenken van de maatkolf, vul de maatkolf aan met water en meng.
- 7.9 Meet de absorptie van de verkregen oplossing binnen 15 min tegen water bij een golflengte van 410 nm.
- 7.10 Verricht een blancobepaling zonder monster.

## 8. IJKGRAFIEK

- 8.1 Verdun 10 ml van de standaardoplossing van titaandioxide (4.8) met water in een maatkolf van 250 ml.
- 8.2 Bereid een serie oplossingen met stijgende concentratie aan titaandioxide door in 5 bekersglazen van 50 ml resp. 0 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml en 20 ml van de verdunde standaardoplossing (8.1) te pipetteren. Hierdoor wordt een reeks oplossingen verkregen, die resp. 0, 25, 50, 75 en 100 µg titaandioxide bevatten.
- 8.3 Voeg 5 ml tironoplossing toe en breng de pH op 4,5 à 5,0 met behulp van verdunde ammonia (4.7).
- 8.4 Breng de inhoud van de bekersglazen kwantitatief over in maatkolven van 50 ml. Voeg aan elke maatkolf ca. 25 mg natriumdithioniet (4.4) en 5 ml bufferoplossing (4.1) toe. Los de natriumdithioniet op door zwenken van de maatkolven, vul de maatkolven aan met water en meng.
- 8.5 Meet de absorptie van de reeksleden binnen 15 min tegen die van het eerste reeksleid (zonder titaandioxide) bij een golflengte van 410 nm.
- 8.6 Zet in een grafiek de absorptie van de reeksleden uit tegen de toegevoegde hoeveelheid titaandioxide, in µg, zoals vermeld in 8.2  
Trek door deze punten de statistisch juiste rechte.

9. BEREKENING

9.1 Corrigeer de volgens 7.9 gemeten absorptie van de monsteroplossing voor de volgens 7.10 gemeten absorptie van de blanco-oplossing.

9.2 Bereken uit het volgens 9.1 verkregen absorptieverschil met behulp van de ijkgrafiek, dan wel met behulp van de daaruit berekende factor, de hoeveelheid titaandioxide, in µg.

9.3 Bereken het gehalte aan titaandioxide, in mg/kg, met behulp van de formule:

$$w = \frac{500 t}{m}$$

waarin:

w is de getalwaarde van het gehalte aan titaandioxide, in mg/kg;

t is de hoeveelheid titaandioxide in de monsteroplossing, berekend volgens 9.2;

m is de getalwaarde van de inweeg van het monster in g.

9.4 Rond de uitkomst af tot op 1 mg titaandioxide per kg.

10. HERHAALBAARHEID

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in duplo, gelijktijdig of kort na elkaar door dezelfde persoon verkregen, mag niet groter zijn dan .... mg titaandioxide per kg.



Melkpoeder - Bepaling van het gehalte aan titaandioxide

Ontwerp-methode

1. Onderwerp en toepassingsgebied

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het gehalte aan titaandioxide van melkpoeder.

2. Definitie en uitdrukkingwijze

Titaandioxidegehalte: de massafractie bestanddelen, bepaald volgens de beschreven werkwijze en uitgedrukt in mg titaandioxide per kg.

3. Beginsel

Een bekende hoeveelheid van het monster wordt verkoold en verast. De as wordt verhandeld met natriumsulfaat en geconcentreerd zwavelzuur en met water verdund tot een bepaald volume.

Een deel van deze oplossing wordt met verdund zwavelzuur op een bepaald volume gebracht, waarna peroxide wordt toegevoegd. Bij aanwezigheid van titaan wordt een geel complex gevormd; de concentratie hiervan wordt fotometrisch bepaald.

4. Reagentia

4.1 Waterstofperoxide-oplossing 30% (m/m)

4.2 Natriumsulfaat (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)

4.3 Zwavelzuur 96% (m/m), 20 = 1,84 kg/l

4.4 Verdund zwavelzuur

Voeg voorzichtig 1 volumedeel geconcentreerd zwavelzuur toe aan 9 volumedelen water en meng.

4.5 Standaardoplossing van titaandioxide

Breng 0,1250 g titaandioxide (TiO<sub>2</sub>) in een bekeerglas van 500 ml. Voeg toe 30 g natriumsulfaat (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), 100 ml geconcentreerd zwavelzuur en

enkele kooksteentjes. Bedek het bekeerglas met een horlogeglas en breng aan de kook op een kookplaat, totdat alles is opgelost.

Laat aan de lucht afkoelen tot kamertemperatuur. Voeg voorzichtig onder roeren 200 ml water toe. Koel af en spoel de inhoud van het bekeerglas over in een maatkolf van 1000 ml, die 400 ml water bevat. Koel af tot kamertemperatuur, vul aan met water tot 1000 ml en meng.

## 5. Toestellen glasmerk en hulpmiddelen

5.1 Balans waarop tot op 1 mg kan worden gewogen.

5.2 Kokend-waterbad, voorzien van een bovenplaat met ringen.

5.3 Elektrische verwarmingsplaat

5.4 Elektrische oven, instelbaar op een temperatuur aan ca. 850°C

5.5 Maatkolven van 100 en 25 ml

5.6 Volpipetten van 5, 10, 15 en 20 ml

5.7 Maatpipet van 1 ml

5.8 Bekerglas van 500 ml

5.9 Roerstaven van glas

5.10 Platina-schaal, middellijn ca. 7 cm, hoogte ca. 3 cm

5.11 Rond filter van kwantitatief filtreerpapier, met dezelfde middellijn als de platina-schaal

## 6. Voorbehandeling van het monster

Behandel het monster voor volgens ontwerp-NEN 6802.

## 7. Werkwijze

7.1 Weeg ca. 10 g van het analysemonster tot op 0,01 g af in de platina-schaal.

7.2 Bedek de inhoud van de schaal met het filter. Verkool het monster met behulp van de verwarmingsplaat, plaats de kroes in de koude oven en gloei bij 850°C totdat een wit residu is verkregen (b.v. 1 nacht).

7.3 Laat de schaal met het residu afkoelen. Breng 1,5 g watervrij natriumsulfaat, 10 ml geconcentreerd zwavelzuur en enkele koolsteentjes in de schaal.

7.4 Bedek de schaal met een horlogeglas en breng aan de kook op de verwarmingsplaat, totdat alles is opgelost.

7.5 Zet de verwarmingsplaat uit en laat op de plaat afkoelen.

7.6 Spoel het horlogeglas voorzichtig af met ca. 30 ml water en vang het spoelwater op in de schaal.

7.7 Breng de inhoud van de schaal met water kwantitatief over in een maatkolf van 100 ml, vul aan tot 100 ml en meng.

7.8 Pipetteer 15 ml van de volgens 7.7 verkregen oplossing in een maatkolf van 25 ml, vul aan met verdund zwavelzuur en meng.

7.9 Voeg aan de inhoud van de maatkolf 1 ml waterstofperoxide-oplossing toe en meng opnieuw.

7.10 Meet de absorptie van de verkregen oplossing tegen een oplossing van 25 ml verdund zwavelzuur, gemengd met 1 ml peroxide, bij een golf-lengte van 410 nm.

## 8. Ijkgrafiek

8.1 Bereid een serie oplossingen met stijgende concentratie aan titaandioxide door in 5 maatkolven van 25 ml resp. 0 ml, 5 ml, 10 ml,

15 ml en 20 ml standaardoplossing (4.5) te pipetteren. Hierdoor wordt een reeks oplossingen verkregen, die resp. 0,625 mg, 1,250 mg, 1,875 mg en 2,500 mg titaandioxide bevatten.

8.2 Vul de maatkoluen met verdund zwavelzuur aan tot de streep en meng.

8.3 Voeg aan de inhoud van elke maatkolf 1 ml peroxide toe en meng opnieuw.

8.4 Meet de absorptie van de reeksleden binnen 15 min tegen die van het eerste reekslid (zonder titaandioxide) bij een golflengte van 410 nm.

8.5 Zet in een grafiek de absorptie van de reeksleden uit tegen de toegevoegde hoeveelheid titaandioxide in mg, zoals vermeld in 8.1. Trek door deze punten de statistische juiste rechte.

## 9. Berekening

9.1 Bereken uit de volgens 7.10 verkregen absorptie met behulp van de ijkgrafiek de hoeveelheid titaandioxide, in mg.

9.2 Bereken het gehalte aan titaandioxide, in mg/kg, met behulp van de formule:

$$w = \frac{10t}{15 m}$$

waarin:

w is de getalwaarde van het gehalte aan titaandioxide, in mg/kg;

t is de hoeveelheid titaandioxide in de monsteroplossing, berekend volgens 9.1;

m is de getalwaarde van de inweeg van het monster in g.

9.3 Rond de uitkomst af tot op 1 mg titaandioxide per kg.



10. Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in duplo, gelijktijdig of kort na elkaar door dezelfde persoon verkregen, mag niet groter zijn dan ..... mg titaandioxide per kg.

11. Literatuur

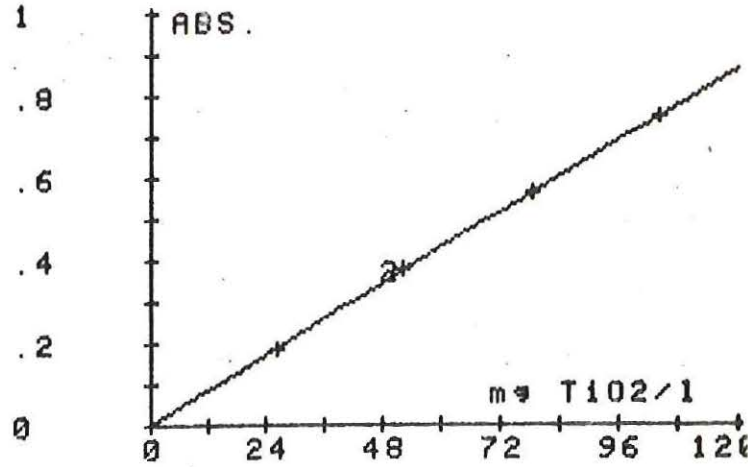
Official Methods of Analysis AOAC, 14e ed., 25.164.



I	X(I)	Y(I)
1	0.0000	0.0000
2	26.1000	0.1886
3	52.2000	0.3771
4	78.3000	0.5608
5	104.4000	0.7492

LINEAR REG: \* Y=A+B.X \*

SOURCE/DF	SS	MS	F
TOTAL 4	0.3		
REG 1	0.3	0.3	999.9
RESID 3	0.0	0.0	
R SQUARE =		1.0000	



Y= 0.0010 + 0.0072 X

T= 0.855 T-KRIT. 5%= 3.182

T-KRIT. 1%= 5.841

A WIJKT NIET SIGNIFIKANT AF VAN 0 (P=5%)

\*\*\* YKLYN \*\*\*

Y= 0.0072 X

I	Y(I)	X(I)
---	------	------

OMREKENINGSFAKTOR= 13.3333

monster

1	4/5/5215 0.4578	850.1281	µg/1,0367 g	820 mg/kg
2	4/5/5215 0.4676	868.3265	µg/1,0388 g	836 mg/kg
3	4/5/5215 0.4584	851.2423	µg/1,0380 g	820 mg/kg

I	X(I)	Y(I)
1	0.0000	0.0030
2	13.3800	0.1150
3	26.7800	0.2420
4	40.1400	0.3530

LINEAR REG: \* Y=A+B.X \*

SOURCE/DF	SS	MS	F
TOTAL 3	0.1		
REG 1	0.1	0.1	999.9
RESID 2	0.0	0.0	
R SQUARE =	0.9993		

Y= 0.0017 + 0.0088 X

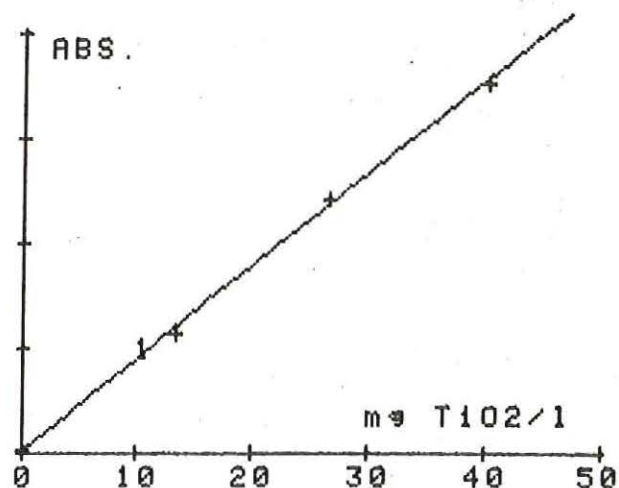
T= 0.416 T-KRIT, 5%= 4.303

T-KRIT, 1%= 9.925

A WIJKT NIET SIGNIFIKANT AF VAN 0 (P=5%)

\*\*\* YKLYN \*\*\*

Y= 0.0088 X



I	Y(I)	X(I)
---	------	------

OMREKENINGSFAKTOR= 1

monster	Y(I)	X(I)		
1 21913	0.1950	22.0356	mg/21,678 g	1016 mg/kg
2 21913	0.1830	20.6796	mg/19,946 g	1037 mg/kg
3 21915	0.3100	35.0310	mg/18,884 g	1855 mg/kg



I	X(I)	Y(I)
1	0.0000	0.0000
2	5.9950	0.1080
3	11.9900	0.2050
4	17.9850	0.3000
5	23.9800	0.3990

LINEAR REG: \* Y=A+B.X \*

SOURCE/DF	SS	MS	F
TOTAL 4	0.1		
REG 1	0.1	0.1	999.9
RESID 3	0.0	0.0	
R SQUARE =	0.9995		

Y= 0.0044 + 0.0165 X

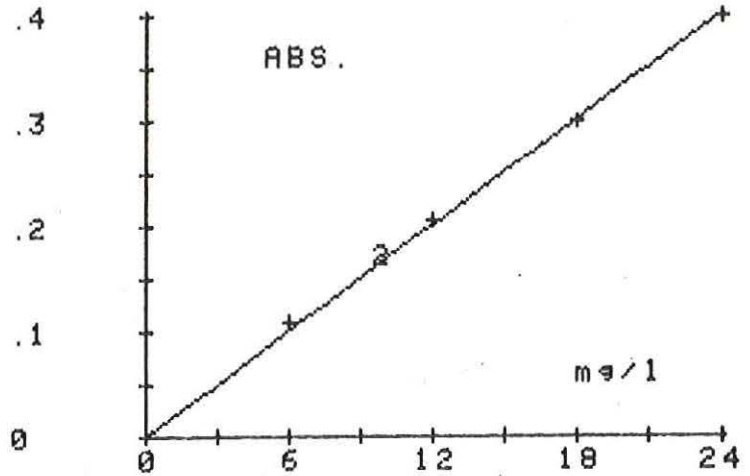
T= 1.375 T-KRIT.5%= 3.182

T-KRIT.1%= 5.841

A WIJKT NIET SIGNIFIKANT AF VAN 0 (P=5%)

\*\*\* YKLYN \*\*\*

Y= 0.0168 X



I Y(I) X(I)

OMREKENINGSFAKTOR= 1

monster	Y(I)	X(I)	mg/g	g	mg/kg
1 21913	0.3780	22.5558	mg/20,637	g	1093 mg/kg
2 21913	0.3900	23.2719	mg/22,120	g	1052 mg/kg
3 21915	0.6770	40.3976	mg/21,515	g	1878 mg/kg
4 21915	0.6600	39.3832	mg/21,114	g	1865 mg/kg