

Afdeling AM 1984-06-12
RAPPORT 84.54 Pr.nr. 505.0290
NNI-ringtest nitraat, nitriet in vee-
voeders en veevoedergrondstoffen.
ir P. Hollman

Verzendlijst: directeur, sektorhoofden, direktie VKA, afdeling AM
(4x), afdeling AC, afdeling Normalisatie/Harmonisatie
(Humme), Projektbeheer, Projektleider (V.d. Worp),
deelnemers ringtest.

NNI-ringtest nitraat, nitriet in veevoerders en veevoedergrondstoffen

1. Inleiding

Op een vergadering van de NNI-commissie 370-10-01 dd. 24 november 1983 werd besloten een methode voor de bepaling van nitraat en nitriet in veevoerders en veevoedergrondstoffen te normaliseren. Als uitgangspunt voor een methode werd de fotometrische nitrietbepaling gekozen, waarbij nitraat door reductie op een verkoperde Cd-kolom gereduceerd wordt tot nitriet. Een belangrijke overweging bij deze keuze was het feit dat deze methodiek bij de analyse van groenten op nitraat veelvuldig en met succes wordt toegepast. De genormaliseerde methode zou geschikt moeten zijn voor handmatige uitvoering en bovendien moeten voldoen in een geautomatiseerd systeem.

Op basis van bovenstaande werden door het RIKILT twee methodes opgesteld, namelijk een zgn. "handmethode" en een geautomatiseerde methode (zie bijlage 1 en 2) die aan de in de hierna volgende beschreven ringtest onderworpen werden.

2. Opzet ringtest

De monsters voor het ringonderzoek werden verzameld en verzonden door het IVVO en bestonden uit de volgende gedroogde en gemalen produkten: kaaswei, grassilage, gras en bietenpulp.

Tezamen met de monsters werden de te volgen analysemethodes verzonden (zie bijlage 1 en 2). Aan de deelnemers werd gevraagd de analyses in duplo door één analist (gelijktijdig of kort na elkaar) uit te laten voeren en de resultaten uit te drukken op basis van droge stof. De volgende laboratoria rapporteerden resultaten:

1. Instituut voor Veevoedingsonderzoek, Lelystad.
2. Centrum voor Onderzoek en Voorlichting voor de Pluimveehouderij "Het Spelderholt", Beekbergen.
3. Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten, Wageningen.
4. DMV-Campina B.V.
5. Centrum voor Agrobiologisch Onderzoek, Wageningen.
6. Instituut voor Rationele Suikerproductie, Bergen op Zoom.
7. Bedrijfslaboratorium voor Grond- en Gewasonderzoek, Oosterbeek.

3. Resultaten

De ingezonden resultaten werden statistisch verwerkt conform ISO 5725: "Precision of test methods - Determination of repeatability and reproducibility by inter-laboratory tests". Voor de hierbij gehanteerde afkortingen en definities wordt verwezen naar bijlage 3. In bijlage 4 worden de resultaten van de droge stof bepalingen gegeven.

3.1 Nitraat volgens de handmethode

De resultaten zijn verzameld in bijlage 5. De Cochran-test gaf voor het monster bietenpulp bij lab. 2 een statistisch significante afwijking ($1\% < P < 5\%$). Uit de Dixon-test blijkt dat lab. 2 bij de monsters grassilage, gras en bietenpulp afwijkende resultaten geeft ($P < 1\%$). Voor het monster gras rapporteert lab. 2 dat de resultaten uitgedrukt werden op het oorspronkelijke materiaal; gezien echter het sterk afwijkende resultaat heeft dit geen invloed. Als mogelijke verklaring voor de afwijkende resultaten meldt lab. 2 dat tijdens de bepalingen troebelingen en kleuringen optraden. De resultaten van lab. 2 zijn dan ook in de verdere berekeningen niet verwerkt. Hertoetsing van de resultaten, na verwijdering van lab. 2, gaf alleen bij de Dixon-test voor lab. 3 bij bietenpulp een afwijkend resultaat ($1\% < P < 5\%$), hetgeen een eventuele verwijdering van dit resultaat niet voldoende ondersteunt.

Toetsing van het verband tussen m en r en R levert voor beide parameters een lineaire relatie; namelijk:

$$r = 88 + 0,03 m$$

$$R = 280 + 0,15 m.$$

De deelnemende laboratoria rapporteerden de volgende opmerkingen:

- 2 laboratoria meldden dat voor een redelijk resultaat enige oefening vooraf nodig was.
- Lab. 7 bepaalde tevens het nitraatgehalte met behulp van de Xylenol-methode en vond de volgende waarden (gemiddelde van duplo's):

kaaswei	-	692 mg NO ₃ /kg
grassilage	-	1678 mg NO ₃ /kg
gras	-	22729 mg NO ₃ /kg
pulp	-	864 mg NO ₃ /kg.

- Lab. 6 voerde de bepalingen uit in het vooraf gedroogde (1 nacht bij 105°C) monster.
- Lab. 3 gebruikte bij alle monsters een inweeg van 2 g in verband met grote volume monstermateriaal, de verdunning van het filtraat werd niet aangepast, zodat meestal niet in het optimale gebied van de ijklijn gemeten werd.

3.2 Nitraat volgens de geautomatiseerde methode

Vijf laboratoria voerden de geautomatiseerde methode uit (zie bijlage 6). De Cochran-test gaf geen afwijkende resultaten, uit de Dixon-test blijkt dat lab. 1 voor bietenpulp een afwijkend resultaat geeft ($1\% < P < 5\%$). Bij de berekening werden alle resultaten betrokken. Tussen m en r en R blijkt een lineair verband te bestaan:

$$r = -34 + 0,05 m$$

$$R = 151 + 0,13 m.$$

De volgende opmerkingen werden gerapporteerd:

- Lab. 1 besloot tot wijziging van het voorgeschreven stroomschema in verband met "de-bubbler" problemen. Bovendien was het noodzakelijk de N-konsentratie te verhogen. Gekonstateerd werd een snelle afname van de capaciteit van de kolom: verschil van 30% tussen begin- en eindijklijn.
- Lab. 3 merkte op dat de kooktijd (pt. 7.2.1) niet gespecificeerd wordt en hield 15 min aan.
- Lab. 4 maakte gebruik van een afwijkend stroomschema (zie bijlage 7).
- Lab. 6 verrichtte de analyses in het vooraf gedroogde (1 nacht bij 105°C) monster.

3.3 Nitriet volgens de handmethode

In bijlage 8 zijn de resultaten vermeld. De Cochran-test gaf voor grassilage bij lab. 3 een afwijkend resultaat ($P < 1\%$). Dit resultaat is in de berekening niet gebruikt. Uit de Dixon-test blijkt dat lab. 2 bij het monster gras een afwijkend resultaat geeft ($P < 1\%$). Ook dit resultaat werd verworpen. Voor bietenpulp blijkt lab. 3 een uitbijter te geven ($1\% < P < 5\%$).

Opmerkingen:

- Lab. 3 gebruikte bij gras en grassilage een extra hoeveelheid actieve kool; het filtraat van het bietenpulpextract bleek niet helder.
- Lab. 4 konstateerde dat 0,5 g actieve kool onvoldoende was voor het ontkleuren van de extrakten van gras en grassilage; 1 g actieve kool voldeed en werd toegepast. De actieve kool gaf een hoge blanco waarde (+ 80% meetsignaal).
- Lab. 5 verkreeg geen helder extract bij bietenpulp met de voorgeschreven klaringsmethode, meting was daardoor niet mogelijk.
- Lab. 6 voerde de bepalingen uit in het vooraf gedroogde monster (1 nacht bij 105°C).
- Lab. 7 woog ca. 10 g van het luchtdroge materiaal in.

3.4 Nitriet volgens de geautomatiseerde methode

Bijlage 9 geeft de resultaten van de geautomatiseerde nitrietbepaling. Aangezien slechts vier laboratoria cijfers rapporteerden is afgezien van een statistische verwerking.

4. Conclusies

Nitraatbepaling

- De handmethode vereist de nodige handvaardigheid. De resultaten van deze ringtest zijn daardoor waarschijnlijk beïnvloed, aangezien de meeste deelnemende laboratoria geen voorafgaande ervaring met de geteste methode hadden.
- Het voorschrift van de handmethode dient aangepast te worden in die zin dat bij gedroogde produkten volstaan kan worden met een kleinere inweeg door aanpassing van de verdunning van het filtraat.
- Bij de geautomatiseerde methode hebben 2 van de 5 deelnemende labs een afwijkend stroomschema gebruikt hetgeen de berekende resultaten waarschijnlijk beïnvloed heeft.
- De herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid van de geautomatiseerde methode zijn beter dan die van de handmethode, behalve voor het grasmonster.
- De handmethode en de geautomatiseerde methode geven geen significant verschillende (95% betrouwbaarheid) resultaten.

- Het verdient aanbeveling met de gewijzigde methode de ringtest te herhalen, waarbij een grotere verscheidenheid aan nitraatgehaltenes betrokken wordt.

Nitrietbepaling

- De berekende parameters r en R zijn voor beide geteste methodes van beperkte betekenis gezien het zeer lage nitrietgehalte van alle geteste monsters.
- De procedure voor ontkleuren en klaren bij de handmethode dient aangepast te worden.
- Het verdient aanbeveling de ringtest te herhalen met de gewijzigde methode, waarbij monsters met een groter verschil in nitrietgehaltenes betrokken worden.

Veevoeders - Bepaling van het nitraat- en nitrietgehalte

1. ONDERWERP EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze norm beschrijft een werkwijze voor het bepalen van het nitraat- en nitrietgehalte van veevoeders.

2. DEFINITIE

Nitraat- resp. nitrietgehalte: het gehalte aan bestanddelen, bepaald volgens de beschreven werkwijze en uitgedrukt in mg nitraation resp. nitrietion per kg.

3. BEGINSSEL

Het monster wordt met heet water geextraheerd. De oplossing wordt vervolgens geklaard en gefiltreerd. Het in een deel van het filtraat aanwezige nitraat wordt met behulp van verkoperd cadmium gereduceerd tot nitriet. Het dan aanwezige nitriet wordt met sulfanilamide en N-(1-naftyl)-ethyleendiamine omgezet in een rode kleurstof, waarvan de concentratie fotometrisch wordt bepaald.

Van een ander deel van het filtraat wordt, zonder reductieproces, op overeenkomstige wijze het gehalte aan oorspronkelijk aanwezig nitriet bepaald.

Het nitraatgehalte wordt berekend uit het verschil tussen het nitrietgehalte voor en na reductie.

4. REAGENTIA

Alle reagentia moeten van analysekwaliteit zijn. Gebruik gedestilleerd water of water van overeenkomstige kwaliteit.

Opmerking: Teneinde mogelijke insluiting van kleine luchtballen in de kolom van verkoperd cadmium te voorkomen, verdient het aanbeveling voor het maken van de kolom (7.1), voor het controleren van het reducerend vermogen van de kolom (7.2) en voor het conditioneren van de kolom gebruik te maken van vers gekookt en daarna tot kamertemperatuur afgekoeld water.

4.1 Cadmiumkorrels, deeltjesgrootte 0,3 tot 0,8 mm.

4.2 Kopersulfaatoplossing

Los 20 g kopersulfaat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) op in water en vul aan tot 1000 ml.

4.3 Bufferoplossing, pH 9,6 tot 9,7

Verdun 50 ml geconcentreerd zoutzuur ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) met 600 ml water en meng. Voeg 100 ml geconcentreerde ammonia ($\rho_{20} = 0,88$ g/ml) toe. Verdun met water tot 1000 ml en meng. Controleer de pH en breng deze zo nodig op 9.6 tot 9.7.

4.4 Zoutzuur, ca. 5,5 mol/l (ca. 5,5 N)

Verdun 450 ml geconcentreerd zoutzuur ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) met water tot 1000 ml.

4.5 Zoutzuur, ca. 2 mol/l (ca. 2N)

Verdun 160 ml geconcentreerd zoutzuur ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) met water tot 1000 ml.

4.6 Zoutzuur, ca. 0,1 mol/l (ca. 0,1 N)

Verdun 50 ml zoutzuur ca. 2 mol/l met water tot 1000 ml.

4.7 EDTA-oplossing

Los 33,5 g Na_2EDTA (dinatriumzout van ethyleendiaminetetra-azijnzuur, $\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) op in water en vul aan tot 1000 ml.

4.8 Amylalcohol.

4.9 Standaardoplossing van natriumnitriet

Droog in een stoof bij 110 tot 120°C een hoeveelheid natriumnitriet (NaNO_2) tot constante massa. Los 0,150 g ervan op in water en vul aan tot 1000 ml (voorraad standaard).

Verdun, dagelijks voor het gebruik, 10 ml van deze oplossing met 20 ml bufferoplossing (4.3), vul aan met water tot 1000 ml en meng.

Deze oplossing bevat 1,00 mg nitrietion per l (werkstandaard).

4.10 Standaardoplossing van kaliumnitraat

Droog in een stoof bij 110 tot 120°C een hoeveelheid kaliumnitraat (KNO_3) tot constante massa. Los 0,652 g ervan op in water en vul aan tot 1000 ml (voorraad standaard).

Verdun, dagelijks voor het gebruik, 10 ml van deze oplossing met 20 ml bufferoplossing, vul aan met water tot 1000 ml en meng.

Deze oplossing bevat 4,00 mg nitraation per l (werkstandaard).

4.11 Sulfanilamide-oplossing

Los, onder verwarmen op een waterbad, 0,5 g sulfanilamide ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) op in een mengsel van 75 ml water en 5 ml geconcentreerd zoutzuur ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$). Koel af tot kamertemperatuur en vul aan met water tot 100 ml. Filtreer indien de oplossing niet helder is.

4.12 N-(1-naftyl)-ethyleendiamine-oplossing

Los 0,1 g N-(1-naftyl)-ethyleendiaminedihydrochloride ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{NH}_2\cdot 2\text{HCl}$ of $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{-CH}_2\text{NH}_2\cdot 2\text{HCl}\cdot\text{CH}_3\text{OH}$) op in water en vul aan tot 100 ml. Filtreer indien de oplossing niet helder is. In een goed gesloten fles in de koelkast bewaard, is de oplossing een week houdbaar.

4.13 Carrez I - oplossing

Breng 24 g zinkacetaat [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$] en 3 g ijsazijn in een maatkolf van 100 ml en vul aan met water.

4.14 Carrez II - oplossing

Breng 10,6 g kaliumhexacyanoferraat (II) [$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6\cdot 3\text{H}_2\text{O}$] in een maatkolf van 100 ml en vul aan met water.

4.15 Actieve kool, welke geen nitraat of nitriet adsorbeert of afgeeft.

4.16 Aceton.

5 TOESTELLEN, GLASWERK EN HULPMIDDELEN

Reinig al het glaswerk zorgvuldig en spoel het daarna met water totdat het vrij is van nitriet en nitraat.

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

5.2 Waterbad.

5.3 Elektrische fotometer of spektrofotometer, geschikt voor het meten bij een golflengte van 538 nm, met bijbehorende cuvetten met een optische weglengte van 1 cm.

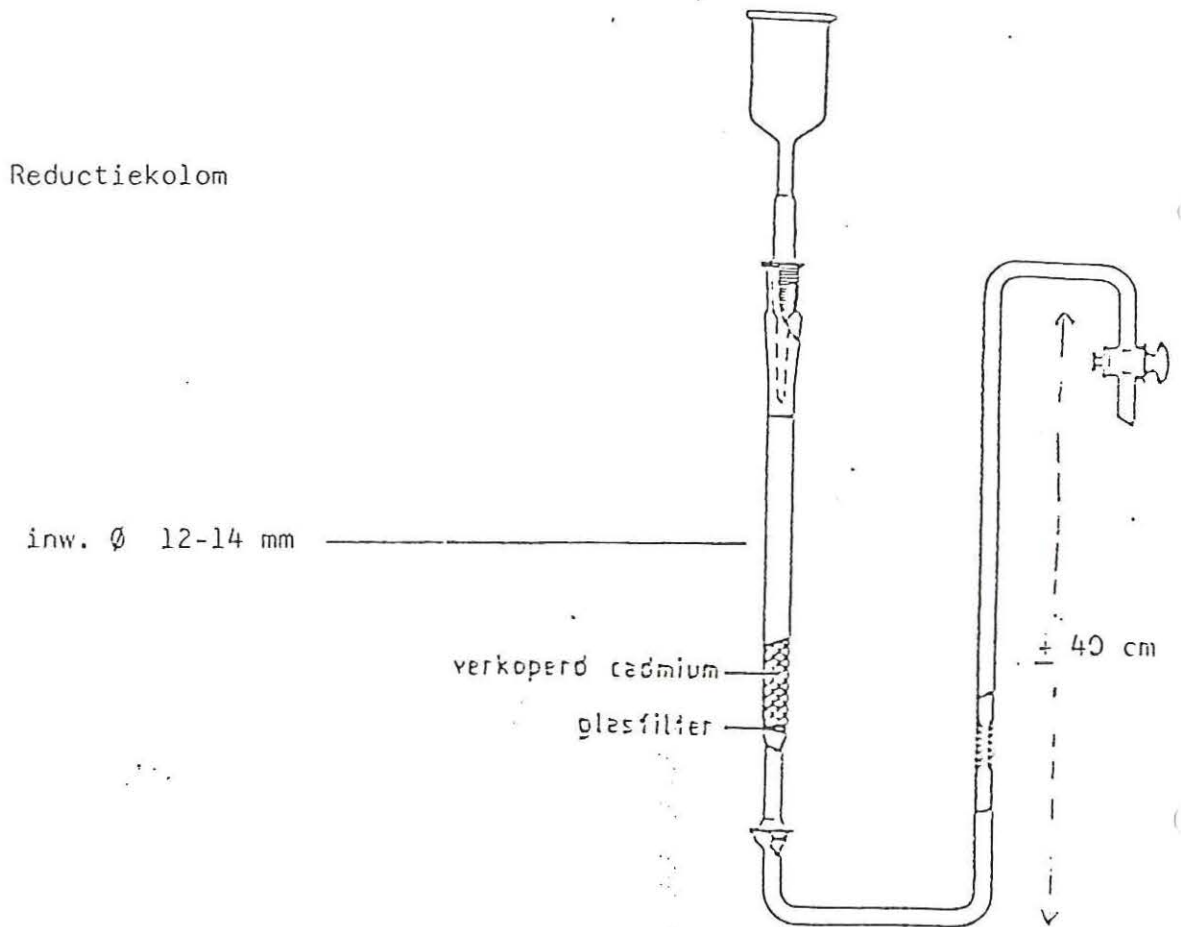
5.4 Ronde filters van kwalitatief filtreerpapier, matig snel filtrerend, middellijn ca. 11 cm, vrij van nitraat en nitriet.

5.5 Reduceerkolom, b.v. zoals weergegeven in de figuur.

5.6 Glaswol

Het gebruik hiervan is facultatief.

5.7 Schudapparaat.



6. MONSTERVOORBEHANDELING

Bereid het analysemonster voor volgens NEN, ISO

7. WERKWIJZE

7.1 Bereiding van de verkoperd-cadmiumkolom

7.1.1 Breng in een konische kolf van 250 ml een hoeveelheid cadmium (4.1), voldoende voor het vullen van het gewenste aantal kolommen (40 à 60 g cadmium per kolom).

7.1.2 Voeg aan het cadmium zoveel zoutzuur 2 mol/l (4.5) toe dat het niveau van de vloeistof hoger is dan dat van het cadmium. Zwenk gedurende enige minuten.

7.1.3 Was het cadmium met water totdat het zuurvrij is.

7.1.4 Voeg per gram cadmium 2,5 ml kopersulfaatoplossing (4.2) toe. Zwenk de konische kolf tot er colloïdaal koper begint neer te slaan (1/2 tot 1 minuut).

7.1.5 Was het verkoperde cadmium daarna onmiddellijk met water. Zorg ervoor dat het cadmium steeds onder water blijft. Beëindig het wassen wanneer het waswater geen neergeslagen koper meer bevat.

7.1.6 Breng een prop glaswol op de bodem van de reduceerkolom of gebruik een kolom met ingesmolten glasfilter. Vul de kolom met water.

7.1.7 Breng het verkoperde cadmium over in de reduceerkolom, waarbij blootstellen van het verkoperde cadmium aan de lucht tot een minimum beperkt dient te blijven. De hoogte van de verkoperd-cadmiumkolom dient 15 à 20 cm te bedragen.

Opmerkingen:

1. In de verkoperd-cadmiumkolom mogen geen luchtbellens voorkomen.
2. Teneinde te voorkomen dat de verkoperd-cadmiumkolom droogvalt, dient het niveau van het verkoperde cadmium beneden dat van de afvoer van de kolom te blijven.

7.1.8 Bereid een mengsel van 725 ml water, 250 ml standaardoplossing van kaliumnitraat (4.10), 20 ml bufferoplossing (4.3) en 20 ml EDTA-oplossing (4.7).

7.1.9 Conditioneer de vers bereide kolom door er het mengsel 7.1.8 met een volumestroom van maximaal 6 ml/min (zie 11.3) door te laten stromen. Was vervolgens de kolom met 50 ml water.

7.2 Controle van het reducerend vermogen van de kolom

Controleer ten minste tweemaal per dag het reducerend vermogen van de kolom en wel voor en na een serie bepalingen.

7.2.1 Pipetteer 25 ml standaardoplossing van kaliumnitraat (4.10) in het reservoir bovenaan de kolom. Voeg onmiddellijk 5 ml bufferoplossing (4.3) toe aan de inhoud van het reservoir. Vang het eluaat op in een maatkolf van 100 ml.

Zorg ervoor dat de volumestroom niet meer dan 6 ml/min bedraagt (11.3).

7.2.2 Spoel, als het reservoir bijna leeg is, de wand van het reservoir met ca. 15 ml water. Herhaal deze handeling wanneer het reservoir weer bijna leeg is.

Vul, nadat de tweede 15 ml water vrijwel geheel in de kolomvulling is gestroomd, het reservoir met water. Laat dit door de kolom stromen.

Stel de volumestroom daarbij in op maximaal.

7.2.3 Verwijder de maatkolf nadat bijna 100 ml eluaat is opgevangen.

Vul aan met water en meng.

7.2.4 Pipetteer 25 ml van het eluaat in een maatkolf van 50 ml.

7.2.5 Pipetteer 25 ml NO_2^- -standaard (4.9) in een maatkolf van 50 ml en handel verder als beschreven onder 7.6.3 t/m 7.6.5.

7.2.6 Bereken het reducerend vermogen van de kolom (8.3) en regenereer de kolom indien het vermogen lager is dan 95%.

7.3 Regenereren van de kolom

Regenereer de kolom dagelijks na gebruik. Doe dit tevens als het reducerend vermogen van de kolom teveel is afgenomen. Ga daarbij als volgt te werk.

7.3.1 Voeg ca. 5 ml EDTA-oplossing (4.7) en 2 ml zoutzuur 0,1 mol/l (4.6) toe aan 100 ml water. Laat het mengsel met een volume stroom van 10 ml/min door de kolom lopen.

7.3.2 Was, nadat het reservoir is leeggestroomd, de kolom achtereenvolgens met water, zoutzuur 0,1 mol/l (4.6) en nogmaals met water.

7.7.3 Zet in een grafiek de gemeten extincties van de reeksleden uit tegen de gehalten van de standaardoplossingen in $\mu\text{g NO}_2^-/\text{ml}$ als vermeld onder 7.7.1.

Trek door deze punten de statistisch juiste rechte.

8. BEREKENING

8.1 Nitrietgehalte

8.1.1 Bereken uit de volgens 7.6.5 gemeten extinctie met behulp van de ijkgrafiek, het nitrietgehalte in het verdunde filtraat, in $\mu\text{g/ml}$ (C1).

8.1.2 Bereken het nitrietgehalte van het monster als volgt:

$$w(\text{NO}_2^-) = \frac{50 \times 250 \text{ C1}}{m \text{ V1}} = \frac{12500 \text{ C1}}{m \text{ V1}}$$

waarin:

$w(\text{NO}_2^-)$ is het nitrietgehalte van het monster in mg/kg

V1 is het volume van het filtraat gepipetteerd onder 7.6.1, in ml

m is de massa van de inweeg in g.

Neem als resultaat het rekenkundig gemiddelde van de twee bepalingen, als aan de voorwaarde van de herhaalbaarheid (zie 9) is voldaan. Rond de uitkomst af tot op mg/kg.

8.2 Nitraatgehalte

8.2.1 Bereken uit de volgens 7.6.5 gemeten extinctie met behulp van de ijkgrafiek het nitraatgehalte in het verdunde eluaat, in $\mu\text{g/ml}$ (C2).

8.2.2 Bereken het nitraatgehalte van het monster als volgt:

$$\begin{aligned} w(\text{NO}_3^-) &= \frac{62}{46} \left(\frac{50 \times 100 \times 100 \times 250 \text{ C2}}{25 \text{ m V2}} - w(\text{NO}_2^-) \right) \\ &= 1,35 \left(\frac{5 \times 10^6 \text{ C2}}{\text{m V2}} - w(\text{NO}_2^-) \right) \end{aligned}$$

waarin:

$w(\text{NO}_3^-)$ is het nitraatgehalte van het monster, in mg/kg

V2 is het volume van eluaat gepipetteerd onder 7.6.2, in ml

m is de massa van de inweeg, in g

$w(\text{NO}_2^-)$ is het nitrietgehalte van het monster bepaald volgens 8.1.2, in mg/kg.

Neem als resultaat het rekenkundig gemiddelde van de twee bepalingen, als aan de voorwaarde van de herhaalbaarheid (zie 9) is voldaan. Rond de uitkomsten af tot op mg/kg.

8.3 Reducerend vermogen kolom

Bereken het reducerend vermogen van de kolom met behulp van

$$\frac{\text{extinctie eluaat (7.2.4)}}{\text{extinctie oplossing (7.2.5)}} \times \frac{62}{46} \times 100\%$$

9. HERHAALBAARHEID

Het verschil tussen de uitkomsten van een bepaling in duplo gelijktijdig of kort na elkaar door dezelfde analist uitgevoerd, mag voor de bepaling van het nitrietgehalte niet groter zijn dan mg/kg.

Voor de bepaling van het nitraatgehalte mag dit verschil niet groter zijn dan

10. VERSLAG

Vermeld in het verslag

- type en identificatie van het laboratoriummonster
- het nitriet- resp. nitraatgehalte in mg/kg
- de toegepaste methode, door de vermelding volgens NEN

11. OPMERKINGEN

11.1 Herwinning cadmium

Indien de kolom na regenereren en conditioneren nog steeds geen 95% reduceervermogen haalt, moet de kolom opnieuw verkoperd worden.

Spoel daartoe het verkoperde cadmium over in een bekeerglas. Voeg toe 2 N HCl (4.5) en laat reageren tot blank metaal. Ga daarna verder als bij 7.1.3.

Een eventuele overmaat Cd kan, nadat het tot zuurvrij gewassen is, 2x gespoeld worden met aceton (4.16). Laat het vervolgens drogen. Bewaar het Cd in een goed afgesloten pot. Het kan later weer gebruikt worden bij 7.1.1.

11.2 Het onder 7.4.2 verkregen filtraat is, indien bewaard in de koelkast, minstens een dag houdbaar. Daarna verdwijnt het nitraat via nitriet naar andere stikstofverbindingen. Een verhoogd nitrietgehalte wijst dan ook vaak op een omzetting van nitraat.

11.3 Aangezien de doorloopsnelheid door de kolom erg belangrijk is, is het zinvol om vooraf, met behulp van een maatcilinder en een stopwatch, een idee te krijgen wat een druppelsnelheid van 6 ml/min inhoudt.

Een te hoge snelheid heeft tot gevolg, dat niet alle nitraat wordt omgezet.

Een te lage snelheid veroorzaakt ontleding van de gevormde NO_2^- waardoor ook een te laag gehalte gevonden wordt.

7.3.3 Controleer het reducerend vermogen volgens 7.2.1 t/m 7.2.6. Indien blijkt, dat het vermogen kleiner is dan 95%, conditioneer de kolom dan opnieuw volgens 7.1.9. (Indien ook dit niet helpt zie 11.1.).

7.4 Onderzoek van het monster

7.4.1 Breng circa 15 g van het analysemonster gewogen tot op 1 mg in een maatkolf van 250 ml.

Opmerking: Gedroogde produkten kunnen een hoog nitraatgehalte bevatten. Pas voor de bepaling van het nitraatgehalte de inweeg aan, indien het te verwachten gehalte groter is dan 6500 mg/kg, zodanig dat de inweeg minder dan 100 mg nitraat bevat. Hierdoor wordt voorkomen dat de reductiekolom overladen wordt.

Voeg \pm 150 ml water toe en plaats de maatkolf gedurende een kwartier op een reeds kokend waterbad. Schud af en toe.

Voeg bij sterk schuimende monsters een druppel amylalcohol (4.8) toe. Koel af tot kamertemperatuur. Voeg achtereenvolgens toe 2 ml Carrez I (4.13), 2 ml Carrez II (4.14) en \pm 0,5 g actieve kool (4.15). Meng na iedere toevoeging. Zet de maatkolf gedurende 5 min in een schudapparaat (5.7). Voeg daarna 20 ml bufferoplossing toe (4.3). Vul aan met water tot de streep en meng zorgvuldig. Neem ook een blanco mee.

7.4.2 Filtreer de inhoud van de kolf door een filter (5.4).

Gebruik de eerste 10 ml van het filtraat niet (11.2).

7.5 Reductie van nitraat tot nitriet

7.5.1 Pipetteer 1 ml van het filtraat (7.4.2) in een maatkolf van 100 ml, vul aan met water en meng. Pipetteer hieruit 25 ml in het reservoir bovenaan de kolom. Voeg 5 ml bufferoplossing (4.3) toe aan de inhoud van het reservoir. Vang het eluaat op in een maatkolf van 100 ml. Zorg voor een volumestroom van niet meer dan 6 ml/min (11.3). Handel verder als beschreven onder 7.2.2 en 7.2.3.

7.6 Meting nitrietgehalte

7.6.1 Pipetteer, voor de bepaling van het oorspronkelijk nitraatgehalte een passende hoeveelheid (V1) van het in 7.4.2 verkregen filtraat in een maatkolf van 50 ml.

7.6.2 Pipetteer, voor de bepaling van het nitrietgehalte in het eluaat een passende hoeveelheid (V2) van het in 7.5.1 verkregen eluaat in een maatkolf van 50 ml.

7.6.3 Behandel hierna de beide maatkolven als volgt.

Voeg aan elke maatkolf water toe tot een totaal volume van \pm 35 ml en daarna achtereenvolgens 3 ml zoutzuur 5,5 mol/l (4.4) en 5 ml sulfanil-amide-oplossing (4.11). Meng zorgvuldig en laat de mengsels, beschermd tegen direct zonlicht, gedurende 5 minuten bij kamertemperatuur staan.

7.6.4 Voeg vervolgens 1 ml N-(1-naftyl)-ethyleendiamine-oplossing toe (4.12). Meng zorgvuldig en laat de oplossingen, beschermd tegen direct zonlicht, gedurende 5 minuten bij kamertemperatuur staan.

Vul aan met water tot 50 ml en meng.

7.6.5 Meet, na 15 minuten, maar binnen 2 uur, de extinctie van de in 7.6.4 verkregen oplossingen tegen de overeenkomstige blanco bij een golflengte van 538 nm. Blootstelling van de meetoplossing aan direct zonlicht dient vermeden te worden.

7.6.6 Voer de bepaling in duplo uit.

7.7 IJkgrafiek.

7.7.1 Bereid een serie oplossingen met stijgende concentratie, door in maatkolven van 50 ml resp. 0, 1, 5, 10, 15 en 20 ml nitrietstandaard (4.9) te pipetteren. Behandel de maatkolven als omschreven in 7.6.3 en 7.6.4. De aldus verkregen oplossingen bevatten resp. 0 - 0,02 - 0,10 - 0,20 - 0,30 en 0,50 $\mu\text{g NO}_2^-/\text{ml}$.

7.7.2 Meet na 15 min, maar binnen 2 uur de extinctie van de reeksleden tegen het eerste reekslid (zonder nitriet) bij een golflengte van 538 nm.

Veevoeders - Bepaling van het nitraat- en nitrietgehalte/Geautomatiseerde methode

1. ONDERWERP EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze norm beschrijft een werkwijze voor het bepalen van het nitraat- en nitrietgehalte van veevoeders.

2. DEFINITIE

Nitraat- resp. nitrietgehalte: het gehalte aan nitraat resp. nitriet bepaald volgende de beschreven werkwijze en uitgedrukt in mg nitraat- resp. nitrietion per kg.

3. BEGINSEL

Het monster wordt met heet water geëxtraheerd. In het filtraat worden met behulp van een continuous flow analysesysteem successievelijk de volgende bewerkingen uitgevoerd: dialyse, reductie van nitraat tot nitriet via een verkoperd cadmiumkolom, reactie van nitriet met sulfanilamide en N-1-naphtylethyleendiamine tot een rode kleurstof, bepaling van de extinktie van deze kleurstof. Hieruit wordt de som van de gehalten aan nitraat en nitriet berekend. Het oorspronkelijk aanwezige nitriet wordt bepaald met behulp van hetzelfde systeem, waarbij echter geen reductiekolom aanwezig is.

4. REAGENTIA

Alle reagentia moeten van analysekwaliteit zijn. Gebruik gedestilleerd water of water van overeenkomstige kwaliteit.

4.1 Bufferoplossing I.

Los 200 g NaCl en 40 g NH_4Cl op in \pm 950 ml water, dat vooraf met ammonia op pH 8,5 gebracht werd. Voeg 1 ml Brij-35 (4.9) toe, vul aan met water dat vooraf met ammonia op pH 8,5 gebracht werd en meng.

4.2 Bufferoplossing II.

Los 50 g NaCl en 10 g NH_4Cl op in \pm 950 ml water, dat vooraf met ammonia op pH 8,5 gebracht werd. Voeg 1 ml Brij-35 (4.9) toe, vul aan met water dat vooraf met ammonia op pH 8,5 gebracht werd en meng.

4.3 Kleurreagens.

Voeg aan 500 ml water in een maatkolf van 1000 ml 100 ml fosforzuur (gec.) en 10 g sulfanilamide ($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$) toe en los op (verwarm indien noodzakelijk). Voeg 0,5 g N-1-naphtylethyleendiaminedihydrochloride ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{NH}_2\cdot 2\text{HCl}$) toe en los op. Voeg 0,5 ml Brij-35 (4.9) toe vul aan en meng. Deze oplossing is, mits in het donker bewaard, ongeveer een maand houdbaar.

4.4 Cadmiumkorrels, deeltjesgrootte 0,3-0,8 mm.

4.5 Kopersulfaatoplossing.

Los 2 g kopersulfaat ($\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$) op in 100 ml water en meng.

4.6 Zoutzuur, ca. 1 mol/l.

Verdun 80 ml geconcentreerd zoutzuur ($\rho_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) met water tot 1000 ml en meng.

4.7 Standaardoplossing nitraat.

Droog in een stoof bij 110 tot 120°C een hoeveelheid natriumnitraat (NaNO_3) tot constante massa. Los 1,5079 g ervan op in water en vul aan tot 1000 ml.

Pipetteer dagelijks voor het gebruik 10 ml van deze oplossing in een maatkolf van 1000 ml, vul aan met water en meng. Pipetteer hieruit 1 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml en 20 ml in maatkolfjes van 100 ml, vul deze aan met water en meng. De aldus ontstane standaardreeks bevat resp. 0,11 - 0,55 - 1,10 - 1,65 en 2,20 $\mu\text{g NO}_3^-/\text{ml}$.

4.8 Standaardoplossing nitriet.

Droog in een stoof bij 110 tot 120°C een hoeveelheid natriumnitriet (NaNO_2) tot constante massa. Los 1,2298 g ervan op in water en vul aan tot 1000 ml.

Pipetteer dagelijks voor gebruik 10 ml van deze oplossing in een maatkolf van 1000 ml, vul aan met water en meng. Pipetteer hieruit 1 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml en 20 ml in maatkolfjes van 100 ml, vul deze aan met water en meng. De aldus ontstane standaardreeks bevat resp. 0,082 - 0,41 - 0,82 - 1,23 en 1,64 $\mu\text{g NO}_2^-/\text{ml}$.

4.9 Oplossing van poly-oxy-ethyleenlaurylether (30%), b.v. Brij-35 (Technicon) of gelijkwaardig.

5. TOESTELLEN EN HULPMIDDELEN

5.1 Continuous flow analysesysteem, geschikt voor het bepalen van het nitraat- en nitrietgehalte (zie stroomschema), bestaande uit:

5.1.1 Monsterwisselaar.

5.1.2 Slangenpomp.

5.1.3 Dialysator, weglengte 61 cm.

5.1.4 Reduktiekolom, gemaakt van een U-vormige glazen buis, inwendige diameter 2,0 mm, lengte 35 cm.

5.1.5 Colorimeter, met filter 520 of 550 nm, flowcell: lengte 50 mm, inwendige diameter 1,5 mm.

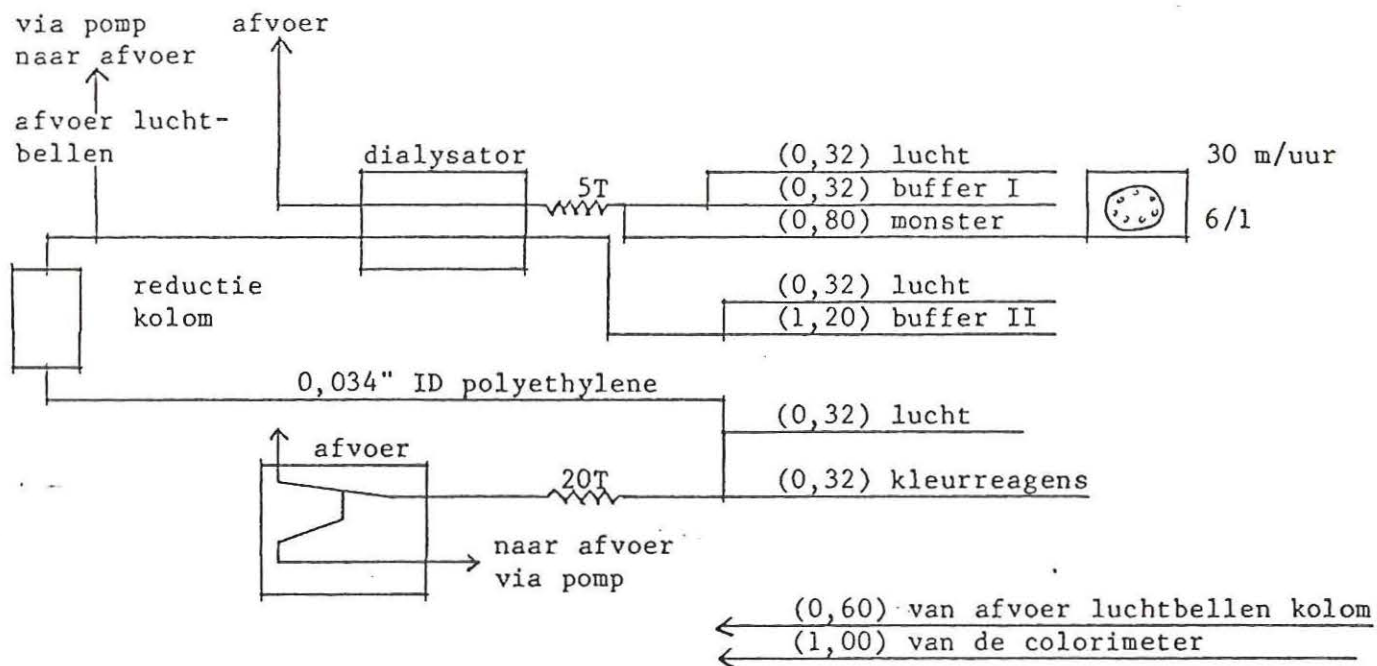
5.1.6 Recorder.

5.2 Glaswol.

5.3 Waterbad.

5.4 Ronde filters van kwalitatief filtreerpapier, matig snel filterend, middellijn ca. 11 cm, vrij van nitraat en nitriet.

Stroomschema



6. MONSTERVOORBEHANDELING

Bereid het analysemonster volgens NEN, ISO

7. WERKWIJZE

7.1 Bereiding van de verkoperd cadmiumkolom

7.1.1 Breng ± 10 g cadmiumkorrels (4.4) in een bekersglas, voeg ca. 25 ml zoutzuur (4.6) toe en zwenk gedurende enige minuten, totdat blank metaal zichtbaar is. Decanteer het zoutzuur en was de korrels totdat het waswater zuurvrij is (voorkom blootstelling van het cadmium aan de lucht).

7.1.2 Voeg ca. 50 ml kopersulfaatoplossing (4.5) toe aan het bekersglas en laat het mengsel onder regelmatig zwenken ± 5 min staan totdat er kolloidaal koper vrijkomt en uitvlokt. Decanteer de kopersulfaatoplossing en was de cadmiumkorrels met water om het kolloidale koper te verwijderen. Vaak is 10 keer wassen pas voldoende. Laat de korrels na de laatste keer wassen onder het wateroppervlak staan.

7.1.3 Bevestig aan elk der uiteinden van de kolom (5.1.4) m.b.v. stukjes slang een trechter en vul de kolom en trechters met water, zo dat alle lucht verdreven wordt. Vul de kolom met het voorbehandelde cadmium (7.1.2) en tik tegen de wand om de kolom homogeen te pakken.

Dicht de uiteinden van de kolom af met ca. 1 cm glaswol en de verbindingstukjes van het analysesysteem. Vermijd tijdens de gehele procedure dat het voorbehandelde cadmium met lucht in aanraking komt.

7.1.4 Sluit de kolom aan op het analysesysteem (zie stroomschema), waarbij geen lucht in de kolom mag komen.

7.1.5 Conditioneer de kolom vóór het gebruik door gedurende ca. 1 uur een nitraatstandaard met een concentratie van $2,20 \mu\text{g NO}_3^-/\text{ml}$ door de kolom te pompen.

7.2 Bereiding monsteroplossing

7.2.1 Breng ca. 15 g van het analysemonster, gewogen tot op 1 mg in een maatkolf van 250 ml.

Opmerking:

Gedroogde produkten kunnen een hoog nitraatgehalte bevatten. Pas indien het nitraatgehalte bepaald moet worden zo nodig de inweeg aan. De inweeg dient echter minimaal 0,5 g te zijn.

Voeg \pm 150 ml water toe en plaats de maatkolf op een reeds kokend waterbad (5.3). Vul na afkoelen aan, meng en filtreer door een filter (5.4). Gebruik de eerste 10 ml van het filtraat niet.

7.3 Meting nitraat plus nitriet

7.3.1 Verdun het filtraat (7.2.1) zodanig dat de concentratie nitraat in de monsteroplossing tussen 0,5 en $2,0 \text{ mg NO}_3^-/\text{l}$ komt te liggen (F).

7.3.2 Pomp de reagentia door het systeem (zie stroomschema) en wacht tot de basislijn stabiel is.

7.3.3 Vul de monsterwisselaar met achtereenvolgens de standaardoplossingen nitraat (4.7) in volgorde van oplopende concentratie, een nitrietstandaard b.v. $1,23 \mu\text{g NO}_2^-/\text{ml}$ (4.8) en de monsteroplossingen (7.3.1), waarna nogmaals de nitraatstandaarden volgen. Start de monsterwisselaar.

7.3.4 Controleer het reducerend vermogen van de kolom (zie 8.3). Bereid een nieuwe kolom indien het reducerend vermogen van de kolom kleiner is dan 90%.

7.3.5 Spoel na afloop het gehele systeem tenminste 15 min met water.

7.4 Meting nitriet

7.4.1 Pas het stroomschema aan, zodanig dat de reductiekolom geëlimineerd wordt.

7.4.2 Pomp de reagentia door het systeem en wacht tot de basislijn stabiel is.

7.4.3 Vul de monsterwisselaar met achtereenvolgens de standaardoplossingen nitriet (4.8) in volgorde van oplopende concentratie, de monsteroplossingen (7.2.1), waarna nogmaals de nitrietstandaarden volgen. Start de monsterwisselaar.

7.4.4 Spoel na afloop het gehele systeem tenminste 15 min met water.

7.5 Ijkgrafiek

Maak voor zowel nitraat als nitriet ijkgrafieken door de gemeten recorderuitslagen van de standaarden (4.7 en 4.8) uit te zetten tegen de gehalten van de standaardoplossingen van NO_3^- resp. NO_2^- in $\mu\text{g/ml}$. Trek door deze punten de statistisch juiste rechte.

8. BEREKENING

8.1 Nitrietgehalte

8.1.1 Meet de recorderuitslag en corrigeer deze, indien nodig, voor het verloop van basislijn en/of de standaarden. Bereken uit de recorderuitslag m.b.v. de ijkgrafiek voor nitriet, het nitrietgehalte in het filtraat (7.2.1) in $\mu\text{g/ml}$ (C_1).

8.1.2 Bereken het nitrietgehalte in het monster als volgt:

$$w (\text{NO}_2^-) = \frac{250 C_1}{m}$$

waarin:

$w (\text{NO}_2^-)$ is het nitrietgehalte van het monster, in mg/kg

m is de massa van de inweeg, in g

C_1 is het nitrietgehalte afgelezen uit de ijkgrafiek (8.1.1),
in $\mu\text{g/ml}$

Neem als resultaat het rekenkundig gemiddelde van twee bepalingen, als aan de voorwaarde van de herhaalbaarheid (zie 9) is voldaan.

8.2 Nitraatgehalte

8.2.1 Meet de recorderuitslag en corrigeer deze, indien nodig voor het verloop van de basislijn en/of de standaarden. Bereken uit de recorderuitslag m.b.v. de ijkgrafiek voor nitraat het nitraatgehalte in het filtraat (7.3.1), in $\mu\text{g/ml}$ (C_2).

8.2.2 Bereken het nitraatgehalte in het monster als volgt:

$$w (\text{NO}_3^-) = \frac{250 C_2 F}{m} - \frac{62}{46} w (\text{NO}_2^-)$$

waarin:

$w (\text{NO}_3^-)$ is het nitraatgehalte van het monster, in mg/kg

m is de massa van de inweeg, in g

F is de verdunningsfaktor

$w (\text{NO}_2^-)$ is het nitrietgehalte van het monster bepaald volgens 8.1.2,
in mg/kg.

Neem als resultaat het rekenkundig gemiddelde van twee bepalingen, als aan de voorwaarde van de herhaalbaarheid (zie 9) is voldaan.

8.3 Reducerend vermogen kolom

Bereken het reducerend vermogen van de kolom als volgt:

$$\frac{X(\text{NO}_3^-)}{X(\text{NO}_2^-)} \times \frac{C(\text{NO}_2^-)}{C(\text{NO}_3^-)} \times \frac{62}{46} \times 100\%$$

X (NO₃⁻) is recorderuitslag nitraatstandaard

X (NO₂⁻) is recorderuitslag nitrietstandaard

C (NO₃⁻) is concentratie nitraatstandaard (µg/ml)

C (NO₂⁻) is concentratie nitrietstandaard (µg/ml)

9. HERHAALBAARHEID

Het verschil tussen de uitkomsten van een bepaling in duplo gelijktijdig of kort na elkaar uitgevoerd door dezelfde analist, mag voor de bepaling van het nitraatgehalte niet groter zijn dan mg/kg.

Voor de bepaling van het nitrietgehalte mag dit verschil niet groter zijn dan

10. VERSLAG

Vermeld in het verslag

- type en identifikatie van het laboratoriummonster
- het nitriet- resp. nitraatgehalte in mg/kg
- de toegepaste methode, door de vermelding volgens NEN

Definities, afkortingen ISO 5725.

m : gemiddelde

s_R : standaarddeviatie binnen laboratoria

s_L : standaarddeviatie tussen laboratoria

r : herhaalbaarheid

R : reproduceerbaarheid

$$r = \frac{4}{\sqrt{2}} s_R = 2,83 s_R$$

$$R = \frac{4}{\sqrt{2}} \sqrt{s_R^2 + s_L^2} = 2,83 \sqrt{s_R^2 + s_L^2}$$

* : de met een * gemerkte resultaten zijn statistisch significant afwijkende resultaten volgens Dixon of Cochran ($1\% < P < 5\%$). Deze resultaten zijn voor de berekeningen niet verworpen.

** : de met een ** gemerkte resultaten zijn statistisch significant afwijkende resultaten volgens Dixon of Cochran ($P < 1\%$). Deze resultaten zijn voor de berekeningen verworpen.

Resultaten (gemiddeld) droge stof (%)

LAB	Kaaswei	Grassilage	Gras	Bietenpulp
1	96,73	94,60	93,85	90,83
2	95,92	93,01	—	91,70
3	97,55	94,30	93,70	90,90
4	97,45	95,65	93,60	90,95
5	95,50	93,25	92,90	90,25
6	97,70	91,50	96,60	94,35
7	97,62	94,49	94,05*	91,50
m	96,92	93,83	94,12	91,50

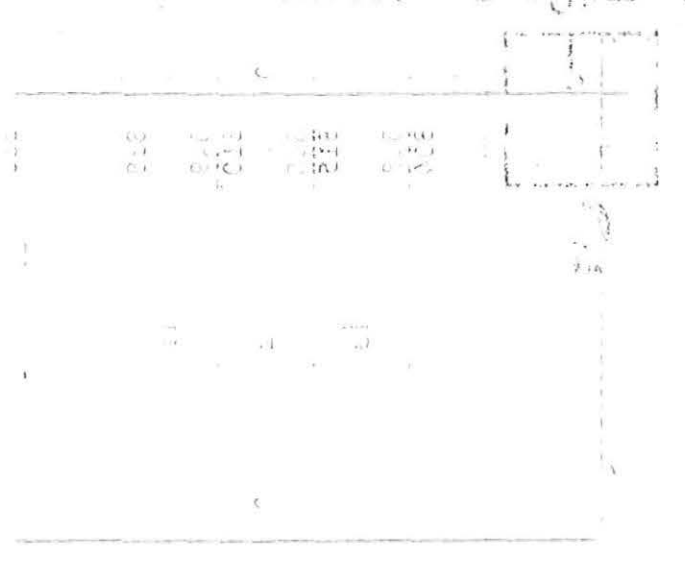
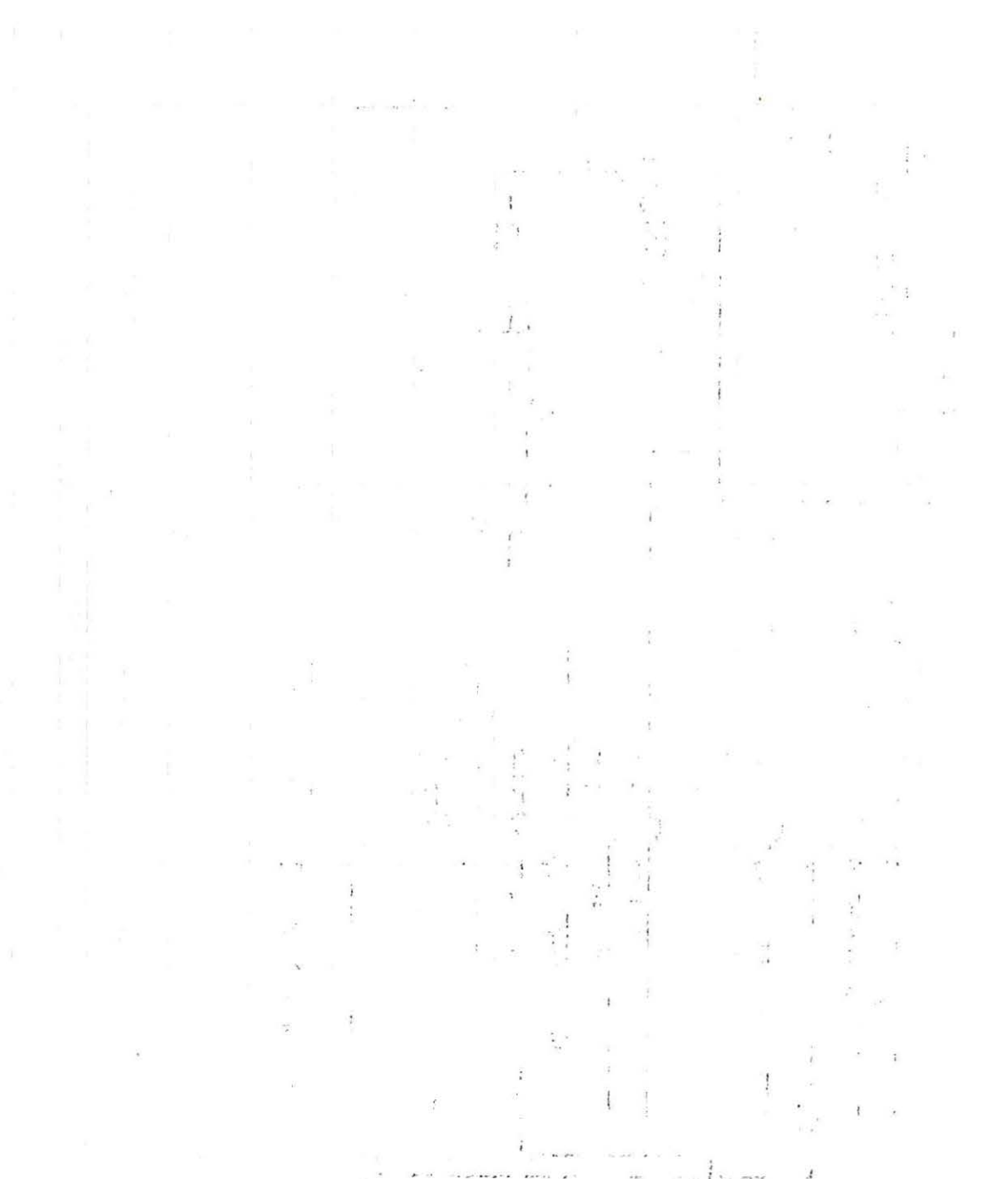
* enkelvoudig resultaat.

Nitraat handmethode (resultaten in mg NO₃⁻/kg droge stof)

LAB	Kaaswei			Grassilage			Gras			Bietenpulp		
	duplo result.	verschil	m	duplo result.	verschil	m	duplo result.	verschil	m	duplo result.	verschil	m
1	430			1390			22880			720		
		10	425,0		60	1360,0		680	23220,0		40	740,0
2	420			1330			23560			760		
	251	75	213,5	8504	179	8593,5	4264	398	4065,0	2809	173*	2895,5
3	176			8683			3866			2982		
	630	80	670,0	1551	83	1592,5	22890	82	22931,0	1264	85	1221,5
4	710			1634			22972			1179		
	470	51	495,5	1376	79	1336,5	23138	301	23288,5	749	30	764,0
5	521			1297			23439			779		
	569	4	571,0	1472	30	1457	23829	299	23978,5	812	10	817,0
6	573			1442			24128			822		
	458	9	453,5	1200	40	1220	21634	539	21364,5	622	14	629,0
7	449			1240			21095			636		
	514	5	511,5	1604	183	1512,5	25230	100	25280,0	779	19	769,5
labs	509			1421			25330			760		
			6			6			6			6
m			521,1			1413,1			23343,8			823,5
s _r			27,7			66,3			281,3			29,4
s _L			86,4			125,7			1269,7			203,7
r			78,5			187,6			796,1			83,2
R			256,7			402,1			3680,3			582,6

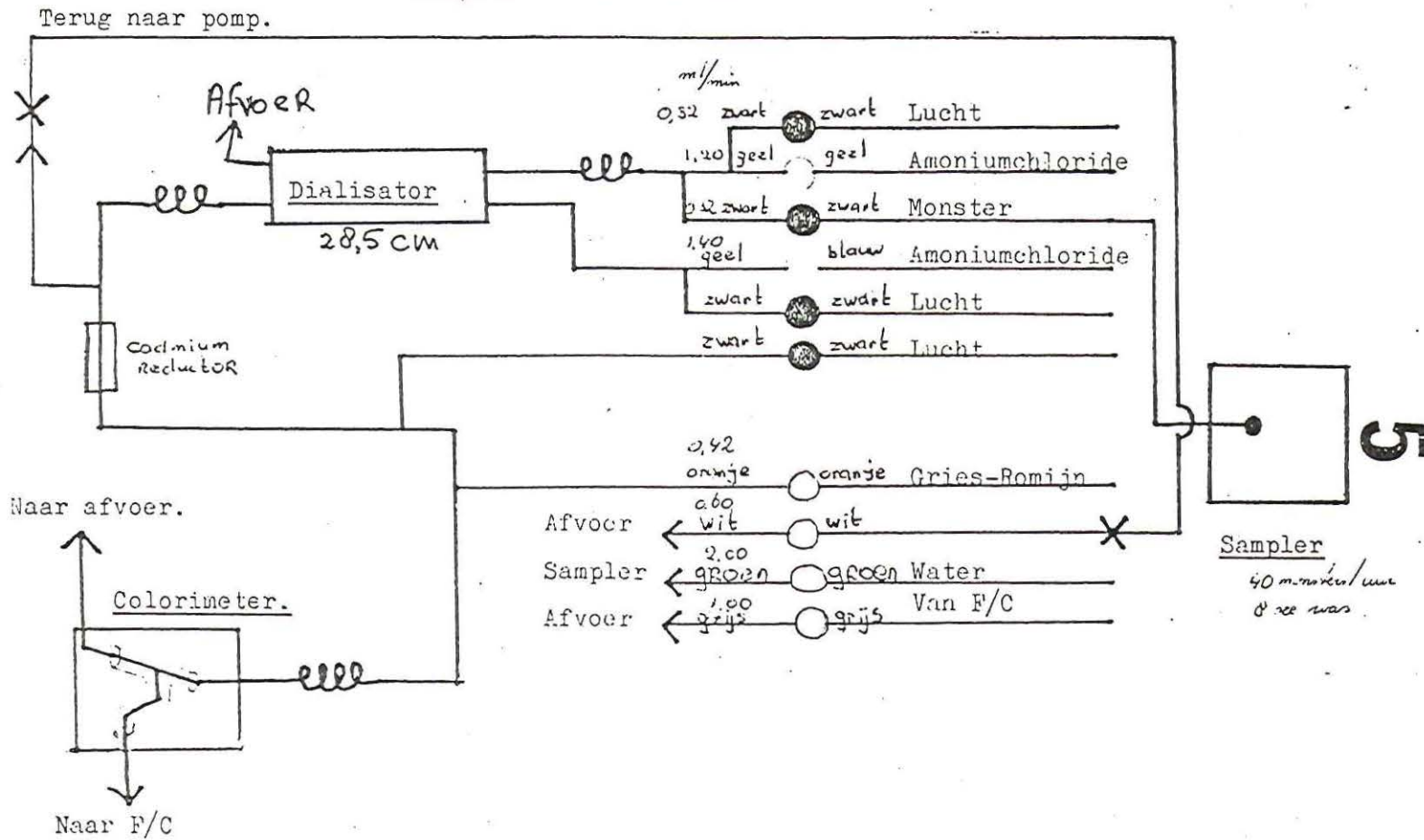
Nitraat geautomatiseerde methode (resultaten in mg NO₃⁻/kg droge stof)

LAB	Kaaswei			Grassilage			Gras			Bietenpulp		
	duplo result.	verschil	m	duplo result.	verschil	m	duplo result.	verschil	m	duplo result.	verschil	m
1	460			1200			25380			680		
		0	460,0		20	1190,0		920	25840,0		0	680*
2	460			1180			26300			680		
	geen resultaten											
3	601			1585			24406			838		
		5	598,5		7	1588,5		2	24407,0		11	843,5
4	596			1592			24408			849		
	567			1526			23666			810		
5		1	567,5		20	1536,0		58	23695,0		2	809,0
	568			1546			23724			808		
6	593			1581			23427			815		
		0	593,0		4	1583,0		443	23648,5		13	808,5
7	593			1585			23870			808		
	530			1398			22445			804		
8		7	533,5		9	1393,5		1000	22945,0		1	803,5
	537			1389			23445			803		
9	geen resultaten											
	geen resultaten											
labs	5			5			5			5		
m	550,5			1458,2			24107,1			788,9		
s _r	2,7			9,7			452,3			5,4		
s _L	56,7			169,2			1050,5			62,8		
r	7,8			27,5			1280,1			15,4		
R	160,7			479,7			3236,8			178,4		



SCHEMA NITRAAT BEPALING.

DMU-campina B.V.



Nitriet handmethode (resultaten in mg NO₂⁻/kg droge stof)

LAB	Kaaswei			Grassilage			Gras			Bietenpulp		
	duplo result.	verschil	m	duplo result.	verschil	m	duplo result.	verschil	m	duplo result.	verschil	m
1	geen resultaten											
2	1,2	0,2	1,10	1,6	0,0	1,60	32,2	2,5	33,45	1,4	0,1	1,35
	1,0			1,6			34,7			1,3		
3	0,9	0,1	0,95	2,4	**	2,10	2,5	0,4	2,30	6,3	0,2	6,40*
	1,0			1,8			2,1			6,5		
4	<0,1	0,0	0,0	0,2	0,0	0,20	0,1	0,2	0,20	1,1	0,1	1,05
	<0,1			0,2			0,3			1,0		
5	0,0	0,0	0,0	2,7	0,0	2,70	2,3	0,0	2,30	geen resultaten		
	0,0			2,7			2,3					
6	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
	0,0			0,0			0,0			0,0		
7	0,3	0,1	0,35	<0,1	0,1	0,05	0,5	0	0,5	0,2	0,0	0,20
	0,4			0,1						0,2		
labs			6			5			5			5
m			0,40			0,91			1,17			1,80
s _r			0,07			0,03			0,22			0,08
s _L			0,50			1,20			1,18			2,63
r			0,20			0,09			0,63			0,22
R			1,44			3,39			3,41			7,45

Nitriet geautomatiseerde methode (resultaten in mg NO₂⁻/kg droge stof)

LAB	Kaaswei		Grassilage		Gras		Bietenpulp	
	duplo result.	m	duplo result.	m	duplo result.	m	duplo result.	m
1	0,0		0,0		0,0		0,0	
		0,0		0,0		0,0		0,0
2	geen resultaten							
3	0,9		2,9		2,2		0,7	
		0,80		3,35		2,10		0,65
4	0,7		3,8		2,0		0,6	
	0,6		2,5		0,8		1,6	
5		0,60		2,60		0,90		1,35
	0,6		2,7		1,0		1,1	
6	0,0		0,0		0,0		0,0	
		0,0		0,0		0,0		0,0
7	geen resultaten							
labs		4		4		4		4
m		0,35		1,49		0,75		0,5

No.	Date	Particulars	Debit	Credit	Balance
1		By Balance b/d			
2		To Cash			
3		To Bank			
4		To Sales			
5		To Income			
6		To Profit			
7		To Dividend			
8		To Interest			
9		To Commission			
10		To Other Income			
11		To Total			
12		By Cash			
13		By Bank			
14		By Sales			
15		By Income			
16		By Profit			
17		By Dividend			
18		By Interest			
19		By Commission			
20		By Other Income			
21		By Total			

1000
1000

1000
1000

1000
1000

SCHEMA NITRAAT BEPALING. DMU-campina B.V.

