

Afdeling Levensmiddelenadditieven/
micronutriënten

RAPPORT 84.106

1984-12-20

Pr.nr. 505.2090

Onderwerp: Tweede NNI-ringtest nitraat,
nitriet in veevoeders en
veevoedergrondstoffen.

Verzendlijst: directeur, sektorhoofden, afdeling AC, afdeling AM, afdeling Normalisatie (Harmonisatie), projektbeheer, projektleider (V.d. Worp), deelnemers ringtest.

RAPPORT 84.106

Pr.nr. 505.2090

Project: Normalisatie/harmonisatie van onderzoekmethoden voor dier-voeders.

Onderwerp: Tweede NNI-ringtest nitraat, nitriet in veevoeders en veevoedergrondstoffen.

Doel:

Normalisatie van analysemethoden voor de bepaling van nitraat en nitriet in veevoeders.

Samenvatting:

De twee analysevoorschriften voor de bepaling van nitraat, nitriet, die op basis van de ervaringen van de eerste ringtest werden aangepast, werden opnieuw getoetst in een ringtest. Vijf laboratoria namen hieraan deel, waarbij in de volgende produkten nitraat en nitriet bepaald werden: weipoeder, bietenpulp, luzerne en gras. De resultaten van deze ringtest werden statistisch verwerkt konform ISO 5725.

Conclusie:

Nitraatbepaling:

- De toegenomen handvaardigheid bij de handmethode heeft geen duidelijke invloed op de resultaten.
- De herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid van de geautomatiseerde methode zijn beter dan die van de handmethode.

Nitrietbepaling:

- Voor de beoordeling van de nitrietbepaling zijn de gegevens zeer onvolledig aangezien slechts 3-4 laboratoria nitriet bepaalden.
 - De handmethode is niet geschikt voor de bepaling van nitriet in de onderzochte monsters.
 - Voor gehaltenes groter dan 3 mg NO₂⁻/kg geeft de geautomatiseerde methode redelijk betrouwbare resultaten.
-

Verantwoordelijk: ir P. Hollman

Medewerker/samensteller: ir P. Hollman

Projectleider: H. van de Worp



Tweede NNI-ringtest nitraat, nitriet in veevoeders en veevoedergrondstoffen

1. Inleiding

Op basis van de resultaten van de eerste ringtest (RIKILT-rapport 84.54) werd besloten het analysevoorschrift nitraat, nitriet volgens de handmethode op de volgende punten aan te passen:

- de in te wegen hoeveelheid analysemonster werd verlaagd door aanpassing van de verdunning;
- de procedure voor ontkleuren en klaren werd veranderd, waarbij de hoeveelheid aktieve kool en de hoeveelheid klaringsmiddel beide verdubbeld werden.

In het voorschrift voor de geautomatiseerde methode werden een aantal kleine verbeteringen aangebracht. Met deze gewijzigde voorschriften (zie bijlage 8 en 9) werd de ringtest herhaald, mede gezien het feit dat de indruk bestond dat voor de handmethode de faktor ervaring een rol speelt.

2. Opzet ringtest

De opzet van deze tweede ringtest was gelijk aan de vorige. De monsters werden verzameld en verzonden door het IVVO en bestonden uit de volgende gedroogde en gemalen produkten: weipoeder, bietenpulp, luzerne en gras.

De volgende laboratoria zonden resultaten in:

1. Rijks-Kwaliteitsinstituut voor land- en tuinbouwprodukten, Wageningen
2. D.M.V. Campina B.V., Veghel
3. Instituut voor Rationele Suikerproduktie, Bergen op Zoom
4. Instituut voor Veevoedingsonderzoek, Lelystad
5. Bedrijfslaboratorium voor Grond- en Gewasonderzoek, Oosterbeek.

3. Resultaten

De resultaten werden verwerkt konform ISO 5725.

In bijlage 1 zijn de resultaten van de droge stofbepaling weergegeven.

3.1 Nitraat volgens de handmethode

In bijlage 2 zijn de resultaten verzameld. De Cochran-test gaf bij lab 5 een aantal afwijkingen, namelijk bij de monsters bietenpulp en gras ($1\% < P < 5\%$) en luzerne ($P < 1\%$). Dit laatste resultaat werd verworpen voor de verdere berekeningen.

De Dixon-test gaf geen afwijkende resultaten.

Lab 5 merkte op dat de handmethode als een vrij lastige methode ervaren wordt.

3.2 Nitraat volgens de geautomatiseerde methode

De resultaten zijn weergegeven in bijlage 3.

Lab 4 bleek bij het monster weipoeder zowel bij de Dixon- als bij de Cochran-test significant af te wijken ($P < 1\%$). Gezien het feit dat slechts vier laboratoria resultaten rapporteerden, is ervan afgezien dit resultaat te verwijderen bij de berekening. Lab 1 gaf bij de Dixon-test bij het monster luzerne een afwijkend resultaat ($1\% < P < 5\%$).

3.3 Nitriet volgens de handmethode

Slechts drie laboratoria rapporteerden resultaten, zie bijlage 4.

Lab 2 meldde niet over geschikte actieve kool te beschikken. Lab 5 kon geen betrouwbare gehalten opgeven als gevolg van een extreem hoge waarde van de blanco-bepaling.

3.4 Nitriet volgens de geautomatiseerde methode

Ook hier werden door slechts drie laboratoria resultaten gegeven, zie bijlage 5.

De Cochran-test gaf voor lab 2 bij het monster gras een afwijkend ($1\% < P < 5\%$) resultaat.

3.5 Berekening herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid

In bijlage 6 worden de berekende waarden voor de diverse methoden en produkten gegeven. Bij de beoordeling van deze resultaten moet opgemerkt worden dat het cijfermateriaal waarop deze berekeningen gebaseerd zijn, zeer beperkt is door het geringe aantal laboratoria dat deelgenomen heeft. Dit geldt in versterkte mate voor de nitrietbepaling. In de toegepaste ISO-norm 5725 wordt aanbevolen dat het aantal laboratoria tenminste acht is!

3.6 Vergelijking eerste en tweede ringtest

Bijlage 7 geeft een overzicht van de resultaten verkregen in de beide ringtesten.

Er blijkt geen verschil qua herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid tussen de twee ringtesten voor de nitraat handmethode. Blijkbaar speelt de toegenomen ervaring met deze methode een ondergeschikte rol. Als de resultaten van beide ringtesten tezamen genomen worden volgt hieruit de volgende benadering voor het verband tussen r en m :

$r = 0,10 m$, waarbij r maximaal 800 mg NO_3^- bedraagt. Voor het verband tussen R en m geldt de volgende benadering:

$R = 270 + 0,25 m$, waarbij R maximaal 3700 mg NO_3^- gedraagt.

Bij de geautomatiseerde methode voor nitraat is er geen duidelijk verschil in reproduceerbaarheid tussen de eerste en tweede ringtest. De spreiding binnen het lab (herhaalbaarheid) is echter toegenomen. In hoeverre dit statistisch relevant is, is niet getoetst. Een benadering voor het verband tussen r en m uit de beide ringtesten is als volgt:

$r = 0,05 m$. Voor de reproduceerbaarheid geldt het volgende:

$R = 120 + 0,1 m$.

Het gewijzigde voorschrift voor de bepaling van nitriet met behulp van de handmethode blijkt geen verbetering. Een eenduidige konklusie is echter vooralsnog moeilijk te trekken, aangezien bij de tweede ringtest slechts drie laboratoria de nitrietbepaling uitvoerden. De slechte resultaten worden waarschijnlijk veroorzaakt door een hoge blanco-waarde (van de aktieve kool).

4. Konklusies

Nitraatbepaling

- De toegenomen handvaardigheid bij de handmethode heeft geen duidelijke invloed op de resultaten.
- De herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid van de geautomatiseerde methode zijn beter dan die van de handmethode. Vooral uit het oogpunt van reproduceerbaarheid is de geautomatiseerde methode beter dan de handmethode.
- De handmethode geeft gemiddeld lagere resultaten dan de geautomatiseerde methode; de verschillen zijn echter statistisch niet significant (95% betrouwbaarheid).

- Voor de handmethode werd de volgende herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid vastgesteld:

$$r = 0,10 \text{ m} \quad \text{waarbij } r \leq 800 \text{ mg NO}_3^-/\text{kg}$$

$$R = 270 + 0,25 \text{ m} \quad \text{waarbij } R \leq 3700 \text{ mg NO}_3^-/\text{kg}$$

- Voor de geautomatiseerde methode is de herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid als volgt:

$$r = 0,05 \text{ m}$$

$$R = 120 + 0,1 \text{ m}$$

Nitrietbepaling

- Voor de beoordeling van de nitrietbepaling zijn de gegevens verkregen uit de ringtesten zeer onvolledig aangezien slechts een gering aantal labs (3-4) deelgenomen hebben.
- De handmethode is niet geschikt voor de bepaling van nitriet in de onderzochte monsters.
- Voor gehalten groter dan 3 mg NO₂⁻/kg geeft de geautomatiseerde methode redelijk betrouwbare resultaten bij de onderzochte monsters.

Resultaten (gemiddeld) droge stof (%)

lab	Weipoeder	Bietenpulp	Luzerne	Gras
1	97,08	91,16	90,47	96,31
2	96,55	91,00	90,40	96,20
3	91,55 1)	90,47	89,25	96,02
4	95,70 2)	91,30 2)	90,55 2)	96,36 2)
5	97,10	91,43	90,77	95,92
m	96,61	91,07	90,29	96,16

1) Gedroogd bij 105-110°C, monster werd bruin, resultaat niet gebruikt bij de berekening m

2) Enkelvoudig resultaat.

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

Lab	Weipoeder			Bietenpulp			Luzerne			Gras		
	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m
1	440	3	438,5	1263	31	1247,5	2544	15	2551,5	7405	71	7440,5
	437			1232			2559			7476		
2	494	32	510,0	1127	14	1134,0	2334	5	2331,5	6000	87	5956,5
	526			1141			2329			5913		
3	200	8	196,0	969	6	972,0	2142	32	2126,0	5472	217	5580,5
	192			975			2110			5689		
4	586	19	595,5	1469	50	1444,0	2794	33	2777,5	7214	38	7195,0
	605			1419			2761			7176		
5	697	39	667,5	1502	179*	1412,5	2999	277*	2860,5	7549	655*	7221,5
	658			1323			2722			6894		

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

Lab	Weipoeder			Bietenpulp			Luzerne			Gras		
	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m
1	592	8	596,0	1437	8	1433,0	2669	27	2655,5*	7519	65	7551,5
	600			1429			2642			7584		
2	591	7	587,5	1454	9	1449,5	2790	20	2800,0	7521	1	7520,5
	584			1445			2810			7520		
3	593	7	589,5	1343	44	1321,0	2765	71	2800,5	7215	550	7490,0
	586			1299			2836			7765		
4	496	78**	457,0**	1314	55	1341,5	2733	110	2788,0	7420	363	7238,5
	418			1369			2843			7057		

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

Lab	Weipoeder			Bietenpulp			Luzerne			Gras		
	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m
1	<0,1			1,5			0,7			4,5		
	<0,1		<0,1	1,4	0,1	1,45	0,8	0,1	0,75	5,2	0,7	4,85
2	<0,5			<0,5			2,1			12,8		
	<0,5		<0,5	<0,5		<0,5	3,1	1,0	2,60	8,5	4,3	10,65
3	4,8			7,4			3,2			6,0		
	6,2	1,4	5,50	8,0	0,6	7,70	2,6	0,6	2,90	5,6	0,4	5,8

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

Lab	Weipoeder			Bietenpulp			Luzerne			Gras		
	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m	duplo resul.	ver- schil	m
1	1,9	0,4	1,70	4,4	1,6	5,20	3,4	0,1	3,35	7,2	0,1	7,15
	1,5			6,0			3,3			7,1		
2	1,0	0	1,00	1,6	0,2	1,70	3,3	0,4	3,10	7,0	2,3*	5,85
	1,0			1,8			2,9			4,7		
3	4,9	0,3	5,05	3,4	0,5	3,65	2,6	0,3	2,75	3,4	0,3	3,25
	5,2			3,9			2,9			3,1		

Overzicht resultaten NITRAAT, NITRIET

NITRAAT

	Handmethode						Geautomatiseerde methode					
	Labs	m	r	R	V(r)	V(R)	Labs	m	r	R	V(r)	V(R)
weipoeder	5	483,5	48,8	521,8	3,6	38,1	4	557,5	79,0	197,8	5,0	12,5
bietenpulp	5	1242,0	169,1	568,5	4,8	16,2	4	1386,3	71,5	189,1	1,8	4,8
luzerne	4	2446,6	48,6	794,9	0,7	11,5	4	2761,0	135,2	221,3	1,7	2,8
gras	5	6678,8	626,2	2436,1	3,3	12,9	4	7450,1	662,2	662,2	3,1	3,1

NITRIET

	Handmethode						Geautomatiseerde methode					
	Labs	m	r	R	V(r)	V(R)	Labs	m	r	R	V(r)	V(R)
weipoeder	3	<2,03	1,6	8,6	29	152	3	2,58	0,58	6,14	7,9	84
bietenpulp	3	<3,22	0,7	11,1	8	122	3	3,52	1,95	5,15	20	52
luzerne	3	2,08	1,4	3,4	23	58	3	3,07	0,59	0,95	6,8	11
gras	3	7,10	5,1	9,5	25	47	3	5,42	2,68	5,93	17	39

$$V(r) = \frac{r}{2,83 \text{ m}} \times 100\%$$

$$V(R) = \frac{R}{2,83 \text{ m}} \times 100\%$$

Overzicht resultaten beide ringtestenNITRAAT

		Handmethode			Geautomatiseerde methode		
		m	V(r)	V(R)	m	V(r)	V(R)
weipoeder	2	483,5	3,6	38,1	557,5	5,0	12,5
kaaswei	1	521,1	5,3	17,4	550,5	0,5	10,3
bietenpulp	1	823,5	3,6	25,0	788,9	0,7	8,0
bietenpulp	2	1242,0	4,8	16,2	1386,3	1,8	4,8
grassilage	1	1413,1	4,7	10,1	1458,2	0,7	11,6
luzerne	2	2446,6	0,7	11,5	2761,0	1,7	2,8
gras	2	6678,8	3,3	12,9	7450,1	3,1	3,1
gras	1	23343,5	1,2	5,6	24107,1	1,9	4,7

NITRIET

		Handmethode			Geautomatiseerde methode		
		m	V(r)	V(R)	m	V(r)	V(R)
weipoeder	2	<2,03	29	152	2,58	8	84
kaaswei	1	0,40	18	126	0,35	20	119
bietenpulp	1	1,80	4	146	0,50	36	120
bietenpulp	2	<3,22	8	122	3,52	20	52
grassilage	1	0,91	3	132	1,49	22	118
luzerne	2	2,08	23	58	3,07	7	11
gras	2	7,10	25	47	5,42	17	39
gras	1	1,17	19	103	0,75	13	133

Veevoeders - Bepaling van het nitraat- en nitrietgehalte
2e versie, juli 1984

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. BEGINSEL

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 luchtbellens 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 ($\rho_{20} = 1,19$ 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.

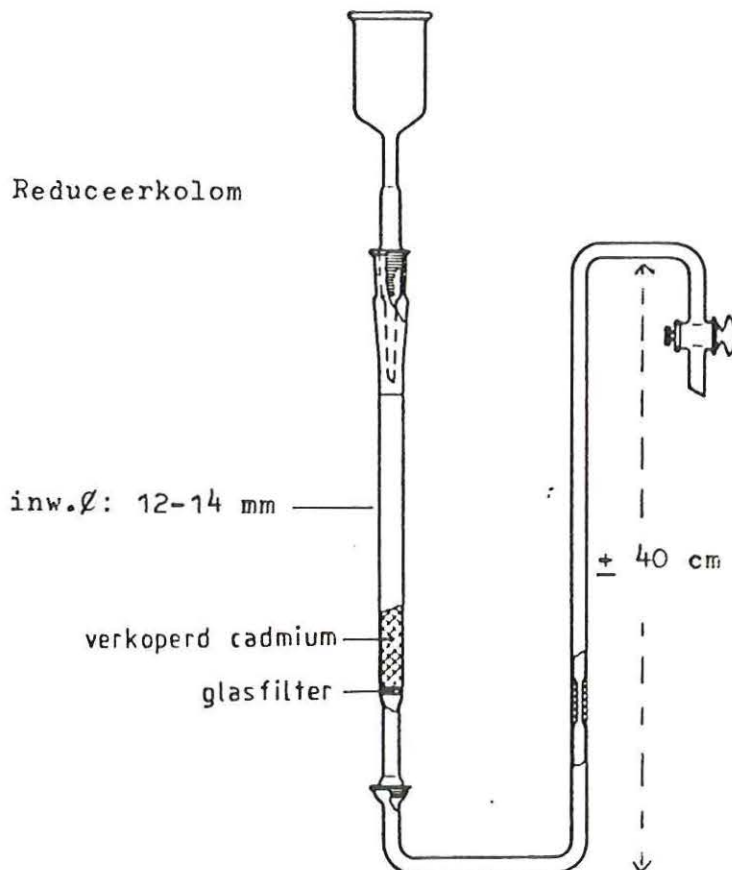
5.4 Ronde filters van kwalitatief filtreerpapier, matig snel filtrerend, middellijn ca. 11 cm, vrij van nitraat en nitriet.

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

5.6 Glaswol

Het gebruik hiervan is facultatief.

5.7 Schudapparaat.



6. MONSTERVERORBEHANDELING

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 (zie 11.4).

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.

7.3.3 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 producten kunnen een hoog nitraatgehalte bevatten. Pas voor de bepaling van het nitraatgehalte zo nodig de inweeg aan. De inweeg dient echter minimaal 0,5 g te zijn.

Voeg ± 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 4 ml Carrez I (4.13), 4 ml Carrez II (4.14) en ± 1 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 Verdun zo nodig het filtraat (7.4.2) zodanig dat de concentratie in de monsteroplossing tussen 0,20 en 4,30 mg NO₃/l komt te liggen (F). 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 nitrietgehalte 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 25 ml 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 ± 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 0,40 $\mu\text{g NO}_2^-/\text{ml}$.

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.

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:

$$\begin{aligned} w(\text{NO}_3^-) &= \frac{62}{46} \frac{50 \times 100 \times F \times 250 \text{ C2}}{25 \times 25 \text{ m}} - w(\text{NO}_2^-) \\ &= 1,35 \frac{2000 * F * \text{C2}}{m} - w(\text{NO}_2^-) \end{aligned}$$

waarin:

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

F is de verdunningsfaktor (7.5.1)

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 bekersglas. 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.

11.4 Het reducerend vermogen van een geconditioneerde kolom blijft geruime tijd stabiel indien de kolom bij niet gebruiken bewaard wordt zodanig dat de kolomvulling geheel bedekt is met water zonder lucht-bellen.

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

2e versie, juli 1984

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 extinktiefactor 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 ($d_{20} = 1,19 \text{ g/ml}$) 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.

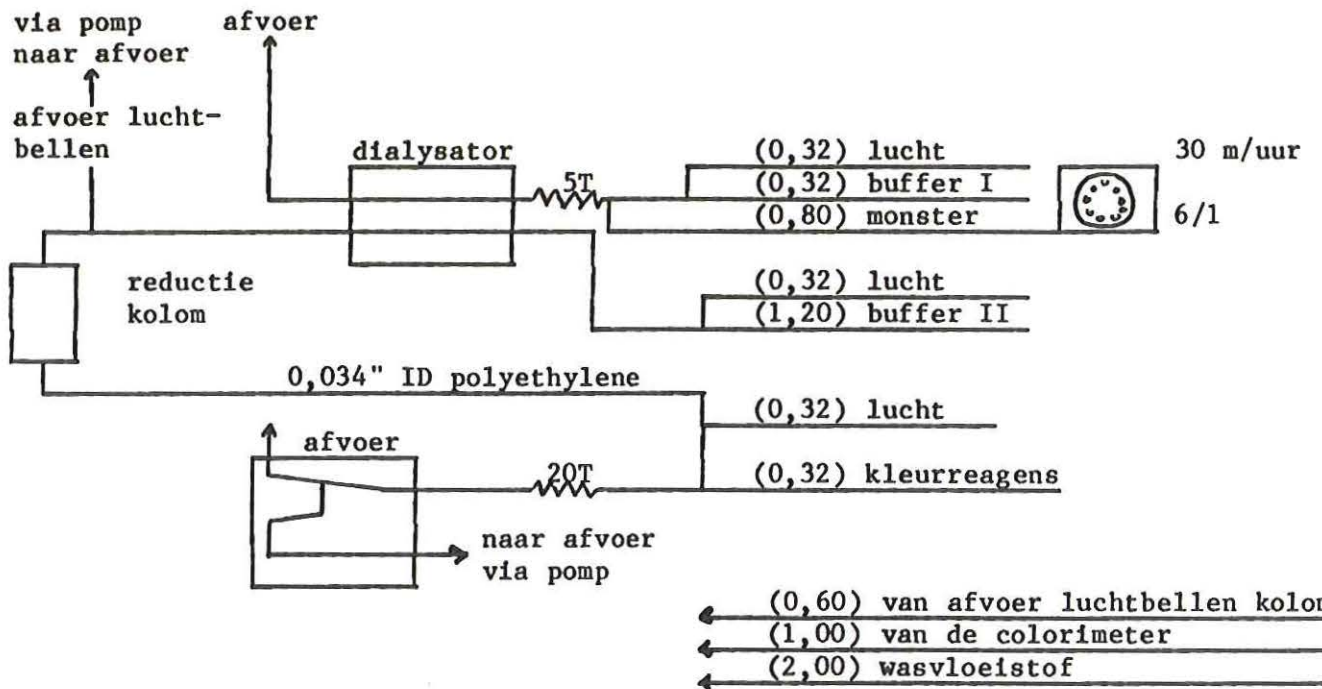
5.1.6 Recorder.

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 voor volgens NEN, ISO

7. WERKWIJZE

7.1 Bereiding van de verkoperd cadmiumkolom

7.1.1 Breng \pm 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 \pm 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 (zie 11).

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 + 150 ml water toe en plaats de maatkolf gedurende een kwartier 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. Zorg er hierbij voor dat geen lucht in de kolom kan komen (zie 11).

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

11. OPMERKING

Bewaar een geconditioneerde kolom bij niet gebruiken zodanig dat de kolomvulling geheel bedekt is met water, zonder luchtbellens en zonder detergent (4.9). Op deze wijze bewaard blijft het reducerend vermogen geruime tijd stabiel.