

TOTAAL EN EXTRAHEERBAAR MAGNESIUM

1 PRINCIPE

Deze procedure vervangt de procedure AAC/2/IV/C.17 van mei 1994.

Magnesium (Mg) wordt bepaald door middel van inductief gekoppeld plasma atoomemissiespectrometrie (ICP-AES) of atoomabsorptiespectrometrie (AAS) in een lucht-acetylenevlam, met het gebruik van een strontium-interferentiebuffer. Het totaal magnesiumgehalte wordt bepaald in de analyseoplossing, (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.3) en uitgedrukt als MgO. Het extraheerbaar magnesium wordt bepaald in het ammoniumacetaat-extract (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.2) en uitgedrukt als Mg. De ICP-AES analysemethode is beschreven in de compendium methode CMA/2/IV/B.1 en de AAS analyse in onderstaande methode.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

2.1 Atoomabsorptiespectrofotometer, uitgerust met een brander geschikt voor een lucht-acetyleenmengsel, en met een monochromator voor absorptiemetingen bij 285,2 nm.

3 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

3.1 geconcentreerd salpeterzuur: HNO₃, 65 %, d. 1,40

3.2 salpeterzuur ong. 0,5 M:

- 35 ml geconcentreerd salpeterzuur aanlengen tot 1 l. en mengen

3.3 stockoplossing 1000 mg Mg/l:

- 1,658 g zuiver en droog magnesiumoxyde (MgO) oplossen in 35 ml geconcentreerd salpeterzuur, aanlengen tot 1 l en mengen. Bewaren in plastic fles

3.4 standaardoplossing 10 mg Mg/l:

- ml stockoplossing 1000 mg Mg/l pipetteren in een maatkolf van 500 ml, aanlengen met water en mengen. Dagelijks vers bereiden

3.5 interferentiebuffer:

- 76,1 g strontiumchloride (SrCl₂·6H₂O) oplossen in 35 ml geconcentreerd salpeterzuur, aanlengen tot 1 l en mengen

4 ANALYSEPROCEDURE

4.1 Voorbehandeling van analyse- en blanco-oplossing voor de bepaling van totaal magnesium

Uit de analyseoplossing (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.3) wordt een aliquot van 5 tot 25 ml gepipetteerd, niet meer dan 0,1 mg Mg bevattend, in een maatkolf van 100 ml. Indien het gehalte aan Mg in de analyseoplossing te hoog is, wordt deze in een gepaste verhouding verdund (verdunningsfactor = D) met salpeterzuur ong. 0,5 M. Dezelfde bewerking uitvoeren met de blanco-oplossing (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.3).

4.2 Voorbehandeling van het ammoniumacetaat-extract voor de bepaling van extraheerbaar magnesium

Uit het ammoniumacetaat-extract (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.2) wordt een aliquot van 5 tot 25 ml gepipetteerd, niet meer dan 0,1 mg Mg bevattend, in een maatkolf van 100 ml. Indien het gehalte aan Mg in het extract te hoog is, wordt dit in een gepaste verhouding verdund (verdunningsfactor = D) met salpeterzuur ong. 0,5 M. Voor de blanco-bepaling wordt dezelfde bewerking uitgevoerd met hetzelfde volume van de blanco-oplossing (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.2).

4.3 Bereiding van de standaardreeks

Uit de standaardoplossing van 10 mg Mg/l wordt in een serie van 6 maatkolven van 100 ml resp. 0-2-4-6-8-10 ml gepipetteerd, zodat een standaardreeks bekomen wordt met concentraties van resp. 0-0,2-0,4-0,6-0,8-1 mg Mg/l.

4.4 Atoomabsorptiemetingen

Aan alle hiervoor genoemde bereidingen in maatkolven van 100 ml (4.1 - 4.2 - 4.3) 10 ml interferentiebuffer toevoegen, aanlengen met 0,5 M salpeterzuur en mengen. Vernevel achtereenvolgens de standaard-, monster- en blanco-oplossingen met de atoomabsorptiespectrometer en meet de verschillende absorpties bij 285,2 nm.

5 BEREKENING

Bepaal de concentratie aan Mg (mg/l) in de monster- en blanco-oplossing aan de hand van een standaardcurve, waarbij de absorptie wordt uitgezet in functie van de concentratie (mg/l). Het gehalte aan totaal magnesium wordt uitgedrukt op vers analysemateriaal in het percentage aan MgO, en wordt berekend met volgende formule :

$$\text{Totaal magnesiumgehalte (\% MgO)} = \frac{0,00829 (C_x - C_b) \cdot D \cdot (100 - a)}{V}$$

C_x = de concentratie aan Mg (mg/l) in de monsteroplossing, bepaald op de standaardcurve

C_b = idem voor de blanco-oplossing

D = verdunningsfactor (4.1)

a = het percentage gewichtsverlies bij voordroging (cfr. CMA/5/B.1)

V = het volume (ml) van het aliquot (4.1)

Het gehalte aan extraheerbaar magnesium wordt uitgedrukt op vers analysemateriaal in mg/l en berekend met volgende formule :

$$\text{Extraheerbaar magnesium (mg Mg/l)} = \frac{500 \cdot D \cdot (C_x - C_b)}{V}$$

C_x = de concentratie aan Mg (mg/l) in de monsteroplossing, bepaald op de standaardcurve

C_b = idem voor de blanco-oplossing

D = verdunningsfactor (4.2)

V = het volume (ml) van het aliquot (4.2)