

TOTAAL EN EXTRAHEERBAAR CALCIUM

1 PRINCIPE

Deze procedure vervangt de procedure AAC/2/IV/C.16 van mei 1994.

Calcium (Ca) wordt bepaald door middel van inductief gekoppeld plasma atoomemissiespectrometrie (ICP-AES) of atoom-absorptiespectrometrie (AAS) in een oxyderende lucht-acetylenevlam, met het gebruik van een strontium interferentiebuffer. Het totaal calciumgehalte wordt bepaald in de analyseoplossing (cfr. CMA/2/IV/6. punt 4.3) en uitgedrukt als CaO. Het extraheerbaar calcium wordt bepaald in het ammoniumacetaat-extract (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.2) en uitgedrukt als Ca. De ICP-AES analysemethode is beschreven in de compendiummethode CMA/2/I/B.1 en de AAS analyse in onderstaande methode.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

2.1 atoomabsorptiespectrofotometer, uitgerust met een brander geschikt voor een oxyderend lucht-acetyleenmengsel en met een monochromator voor absorbtie metingen bij 422,7 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 Ca/l

- 1,399 g zuiver en droog calciumoxyde (CaO) oplossen in 35 ml geconcentreerd salpeterzuur, aanlengen tot 1 l en mengen. Bewaren in plastic fles

3.4 standaardoplossing 50 mg Ca/l

- ml stockoplossing 1000 mg Ca/l pipetteren in een maatkolf van 100 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 ANALYSEPROCEDE

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

Uit de analyseoplossing (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.3.) wordt een aliquot van 5 tot 25 ml gepipetteerd, niet meer dan 0,5 mg Ca bevattend, in een maatkolf van 100 ml. Indien het gehalte aan Ca 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 calcium

Uit het ammoniumacetaat-extract (cfr. CMA/2/IV/6 punt 4.2) wordt een aliquot van 5 tot 25 ml gepipetteerd, niet meer dan 0,5 mg Ca bevattend, in een maatkolf van 100 ml. Indien het gehalte aan

Ca 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 50 mg Ca/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. 0-1-2-3-4-5 mg Ca/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 422,7 nm.

5 BEREKENING

Bepaal de concentratie aan Ca (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 calcium wordt uitgedrukt op vers analyse-materiaal in het percentage aan CaO, en wordt berekend met volgende formule :

$$\text{Totaal calciumgehalte (\% CaO)} = \frac{0,006995 (C_x - C_b) \cdot D \cdot (100 - a)}{V}$$

C_x = de concentratie aan Ca (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 calcium wordt uitgedrukt op vers analysemateriaal in mg/1 en berekend met volgende formule :

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

C_x = de concentratie aan Ca (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)