

Stofnaam	Kalium	
Type methode	AES	
Te onderzoeken in	Mengvoeders uitgezonderd mineralenmengsels; diervoedergrondstoffen en enkelvoudige diervoeders uitgezonderd minerale grondstoffen / minerale enkelvoudige diervoeders	
Herhaalbaarheid	Bundel Onderzoekmethoden	Gemiddelde KDLL ringtesten
	7% bij 2 - 200 g/kg	4,5% bij 2 - 200 g/kg
Reproduceerbaarheid	20% bij 2 - 200 g/kg	18% bij 2 - 200 g/kg
Categorie	A	
Titel	Bepaling van kalium. Bijlage. Eerste richtlijn van de Commissie van 15 juni 1971 betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders (71/250/EEG). Publicatieblad van de EG 12-7-1971; Nr L 155/27-28	

BEPALING VAN KALIUM

1. Doel en toepasbaarheid

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van het gehalte aan kalium in veevoeders.

2. Principe

Het monster wordt verast en de as met zoutzuur behandeld. Het gehalte aan kalium in de oplossing wordt vlamfotometrisch bepaald bij aanwezigheid van cesiumchloride en aluminiumnitraat. Door het toevoegen van deze stoffen wordt de invloed van storende elementen nagenoeg geheel opgeheven.

3. Reagentia

3.1 Zoutzuur p.a., $d = 1,12$.

3.2 Cesiumchloride, p.a.

3.3 Aluminiumnitraat, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, chemisch zuiver.

3.4 Kaliumchloride, p.a. watervrij

3.5 Bufferoplossing: los 50 g cesiumchloride (3.2) en 250 g aluminiumnitraat (3.3) op in water, vul met water aan tot 1 l en meng. Bewaar de oplossing in een fles van kunststof.

3.6 Kaliumstandaardoplossing: los 1,907 g kaliumchloride (3.4) op in water onder toevoeging van 5 ml zoutzuur (3.1), vul met water aan tot 1 l en meng. Bewaar de oplossing in een fles van kunststof. 1 ml van deze oplossing bevat 1.00 mg kalium.

4. Apparatuur

4.1 Verassingsschalen van platina, kwarts of porselein, eventueel met deksel.

4.2 Elektrische moffeloven met thermostaat.

4.3 Vlamfotometer.

5. Uitvoering

5.1 *Analyse van het monster*

Breng in het algemeen 10 g van het monster, tot op 10 mg nauwkeurig gewogen, in een verassingsschaal en veras gedurende 3 h bij 450°C . Breng na afkoelen het residu kwantitatief over in een maatkolf van 500 ml met behulp van ongeveer 250 tot 300 ml water en daarna met 50 ml zoutzuur (3.1). Verwarm de oplossing - na het beëindigen

van een eventuele kooldioxide-ontwikkeling - en houd daarna gedurende 2 h, onder af en toe omzwenken, de oplossing op een temperatuur van ongeveer 90°C. Koel dan af tot kamertemperatuur, vul aan met water tot de streep, meng en filtreer. Pipeteer een aliquot deel van het filtraat, dat ten hoogste 1,0 mg kalium bevat, in een maatkolf van 100 ml. Voeg toe 10,0 ml bufferoplossing (3.5), vul aan met water tot de streep en meng. Maak bij hogere gehalten aan kalium vóór het toevoegen van de bufferoplossing een passende tussenverduunning. Als richtlijn kan - uitgaande van 10 g analysemateriaal - onderstaande tabel dienen:

Vermoedelijk kaliumgehalte van het monster (%K)	Verduunningsverhouding	Aliquot deel van de oplossing in ml
tot 0,1	-	50
0,1 - 0,5	-	10
0,5 - 1,0	-	5
1,0 - 5,0	1 : 10	10
5,0 - 10,0	1 : 10	5
10,0 - 20,0	1 : 20	5

Het meten geschiedt vlamfotometrisch bij een golflengte van 768 nm.

Bereken het resultaat met behulp van de ijkgrafiek.

5.2 Ijkgrafiek

Pipetteer 10 ml van de standaardoplossing (3.6) in een maatkolf van 250 ml, vul aan met water en meng. Pipeteer van deze oplossing, 5, 10, 15, 20 en 25 ml, overeenkomend met resp. 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 en 1,0 mg kalium in maatkolven van 100 ml. Voeg aan de serie nog een maatkolf van 100 ml toe, echter zonder toevoeging van standaardoplossing. Voeg aan lege kolf toe 10,0 ml bufferoplossing (3.5), vul aan met water tot de streep en meng. Voer de meting uit zoals beschreven onder 5.1. In het algemeen is het verloop van de ijkgrafiek lineair tot een hoeveelheid van 1 mg kalium in 100 ml oplossing.

6. Berekening van de resultaten

Druk het resultaat uit in percenten van het monster.

7. Opmerkingen

Wanneer geen storende elementen aanwezig zijn, is toevoeging van bufferoplossing (3.5) niet nodig.