

Stofnaam	Magnesium	
Type methode	AAS	
Te onderzoeken in	Mengvoeders uitgezonderd mineralenmengsels; diervoedergrondstoffen en enkelvoudige diervoeders uitgezonderd minerale grondstoffen / minerale enkelvoudige diervoeders	
Minimum bepaal- baarheidsgrens	-	
Herhaalbaarheid	Bundel Onderzoekmethoden	Gemiddelde KDLL ringtesten
	5 %	4,7% 5,5% bij 2 - 500 g/kg
Reproduceerbaar- heid	18 % bij 2 - 500 g/kg	16% 18,6% bij 2 - 500 g/kg
Categorie	A	
Titel	Bepaling van magnesium door atoomabsorptiespectrofotometrie. Bijlage 1. Vierde richtlijn van de Commissie van 5 december 1972 houdende vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor de officiële controle van veevoeders (73/46/EEG). Publicatieblad van de EG 30-3-1973; Nr L 83/23-4	

BEPALING VAN MAGNESIUM

1. Doel en toepasbaarheid

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van het gehalte aan magnesium in veevoeders. Het is bijzonder geschikt voor de bepaling van magnesiumgehalten van minder dan 5%.

2. Principe

Het monster wordt verast en de as behandeld met zoutzuur. indien het monster geen organische bestanddelen bevat, wordt het direct met zoutzuur behandeld. De oplossing wordt verdund en het magnesiumgehalte wordt bepaald door atoomabsorptiespektrofotometrie bij 285,2 nm, aan de hand van ijkoplossingen.

3. Reagentia

3.1 Zoutzuur p.a., d=1,16

3.2 Zoutzuur p.a., d=1,19

3.3 Magnesium of -draad of magnesiumsulfaat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), p.a. onder vacuüm gedroogd bij kamertemperatuur.

3.4 Strontiumzoutoplossing (chloride of nitraat) met 25 g strontium per l (=76,08 g $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ p.a./l of 60,38 $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ p.a./l.).

3.5 Magnesiumstandaardoplossing: weeg af 1 g magnesium (3.3) tot op 1 mg nauwkeurig, nadat tevoren zorgvuldig het oxidelaagje is verwijderd, of een overeenkomstige hoeveelheid magnesiumsulfaat (3.3) en breng dit in een maatkolf van 1000 ml. Voeg toe 80 ml zoutzuur (3.1), los het magnesium op en vul aan met water tot 1000 ml. 1 ml van de verkregen oplossing bevat 1,000 mg magnesium.

4. Apparatuur

4.1 Verassingsschalen van platina, kwarts of porselein

4.2 Elektrische moffeloven met thermostaat.

4.3 Atoomabsorptiespektrofotometer

5. Uitvoering

5.1 *Bereiding van de analyseoplossing*

5.1.1 *Veevoeders, die uitsluitend uit minerale bestanddelen bestaan*

Breng 5 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in een maatkolf van 500 ml met 250 à 300 ml. water. Voeg dan toe 40 ml zoutzuur (3.1), breng aan de kook en laat gedurende ongeveer 30 min. zachtjes koken. Koel af, vul aan met water tot 500 ml, meng en filtreer over een droog vouwfilter in een droog bekeerglas. Werp het eerste deel (ongeveer 30 ml) van het filtraat weg.

Bij aanwezigheid van kiezelzuur wordt 5 g van het monster met een voldoende hoeveelheid zoutzuur (3.2) (15-30 ml) op een waterbad tot droog ingedampt. Handle verder als beschreven onder 5.1.2.

5.1.2 *Veevoeders, die voornamelijk uit minerale bestanddelen bestaan*

Breng 5 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen in een verassingsschaal en veras in een moffeloven bij 550°C, totdat as zonder kooldeeltjes wordt verkregen. Voor de scheiding van kiezelzuur wordt aan de as een voldoende hoeveelheid zoutzuur (3.2) 15-30 ml) toegevoegd en op het waterbad tot droog ingedampt. Droog vervolgens gedurende een uur in een droogstoof bij 105°C. Het residu wordt in 10 ml zoutzuur (3.1) opgenomen en met warm water in een maatkolf van 500 ml overspoeld. Kook gedurende korte tijd, na afkoelen wordt met water aangevuld, geschud en door een droog vouwfilter in een droog bekeerglas gefiltreerd. De eerste 30 ml van het filtraat wordt verwijderd.

5.1.2 *Veevoeders, die voornamelijk uit organische bestanddelen bestaan*

Breng 5 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen in een verassingsschaal en veras in een moffeloven bij 550°C, totdat as zonder kooldeeltjes wordt verkregen. Voeg toe 5 ml zoutzuur (3.2), damp droog op een waterbad en laat vervolgens gedurende 1 uur drogen bij 105°C in een droogstoof om het kiezelzuur onoplosbaar te maken. Neem het residu hierna op in 5 ml zoutzuur (3.1) en breng met behulp van heet water over in een maatkolf van 250 ml. Kook even op en vul na afkoelen aan tot 250 ml met water. Meng en filtreer over een droog vouwfilter in een droog bekeerglas. Werp het eerste deel (ongeveer 30 ml) van het filtraat weg.

5.2 *Meting van de atoomabsorptie*

Bereid door verdunnen met water uit de magnesiumstandaardoplossing (3.5) tenminste 5 ijkoplossingen met toenemende concentraties. De concentraties van deze oplossingen zijn afhankelijk van het optimale meetbereik van de atoomabsorptiespektrofotometer. Voeg aan iedere ijkoplossing 10 ml strontiumzoutoplossing (3.4) toe en vul daarna met water aan tot 100 ml.

Verdun met water een aliquot deel van het onder 5.1.1, 5.1.2 of 5.1.3 verkregen filtraat, zodat een magnesiumconcentratie bereikt wordt, die binnen het concentratiegebied van

de ijkoplossingen ligt. De zoutzuur concentratie van deze oplossing mag niet hoger zijn dan 0,4 N. Voeg 10 ml van de strontiumzoutoplossing (3.4) toe en vul daarna met water aan tot 110 ml.

Meet de atoomabsorptie van de ijkoplossingen van de analyseoplossing bij een golflengte van 285,2 nm.

6. Berekening van de resultaten

Bereken het gehalte aan magnesium met behulp van de ijkoplossingen. Druk het resultaat uit in percenten van het monster.

Herhaalbaarheid

Het verschil tussen de resultaten van een bepaling in tweevoud in hetzelfde monster mag niet meer bedragen dan 5% relatief.