

INSTITUUT VOOR BODEMVRUCHTBAARHEID

RAPPORT 11-1972

BEPALING VAN TOTAAL-ZINK IN GROND MET ATOOM-  
ABSORPTIESPECTROFOTOMETRIE

with a summary:

Total-zinc determination in soil with the aid of atomic absorption  
spectrophotometry

door

B. D. BALRAADJSING

1972

Instituut voor Bodemvruchtbaarheid, Oosterweg 92, Haren (Gr.)

---

Inst. Bodemvruchtbaarheid, Rapp. 11-1972

## INHOUD

INLEIDING	3
PRINCIPE VAN DE ATOOMABSORPTIESPECTROFOTOMETRIE	5
Voordelen van de toepassing van atoomabsorptiespectrofotometrie	5
Nadelen van de atoomabsorptiespectrofotometrie	6
PROCEDURE	7
Meting	7
Meetgegevens	7
RESULTATEN EN DISCUSSIE	8
Ontsluiting	8
Storingen	8
Meetbereik	11
Reproduceerbaarheid van de meting	12
Reproduceerbaarheid van de bepaling	13
Recoveryproeven	13
Vergelijking van zinkgehalten van de grond bepaald met atoomabsorptie en colorimetrie	13
CONCLUSIE	15
SUMMARY	16
LITERATUUR	17
AANHANGSEL: Bepaling van zink in grond met atoomabsorptiespectrofotometrie	19

Ontvangen: 22 augustus 1972

O46-1972

## INLEIDING

De bepaling van zink in grond en gewas geschiedt meestal met de dithizon-zincon-methode. Bij deze methode wordt zink in neutraal tot zwak-alkalisch milieu met dithizon gecomplexeerd en het zink-dithizoncomplex met tetra of chloroform geëxtraheerd. Uit de organische fase wordt het zink in verdund salpeterzuur of zoutzuur teruggeschud om het zink te scheiden van andere metalen, die hierbij in de organische fase achterblijven. In de waterfase wordt zink bepaald: In aanwezigheid van een bufferoplossing met pH 9,0 geeft zink met zincon een blauw gekleurde verbinding, met een maximale absorptie bij 620 nm.

Hoewel met deze methode goede resultaten worden verkregen, zijn er enkele nadelen aan verbonden: De methode is slechts goed toepasbaar voor zinkgehalten in grond van hoger dan 20 ppm. Het niet geheel vrij zijn van storingen levert, vooral bij gecompliceerde matrices zoals grond, ernstige moeilijkheden op bij lage zinkconcentraties. De methode is bovendien zeer bewerkelijk: Omdat er tweemaal uitgeschud moet worden, zijn er twee stellen scheitrechters nodig. De uitvoering van de bepaling vereist routine en inzicht. Volgens Hibbard (1937) kan nl. dithizon gemakkelijk door nitrosylverbindingen geoxydeerd worden. De geringere specificiteit van dithizon (Wichmann, 1939) brengt met zich mee dat er voldoende aandacht geschonken moet worden aan de pH-afstelling. Zowel de isolering van zink met dithizon als de kleuring met zincon worden gestoord door andere zware metalen en door enkele zuurresten. Deze storingen worden voor een deel opgeheven door toevoeging van maskermiddelen (Yoe en Rush, 1952; Rush en Yoe, 1954). Bij het terugschudden van zink uit de dithizonfase in verdund zuur blijven de zuurbestendige dithizonaten in de organische fase achter (Cu, Co). Volgens Binnerts (1960) en Koch en Koch-Dedic (1964) gaat Pb wel mee in de waterfase, maar zou niet storen bij de kleuring met zincon.

Toch moet naar onze mening bij ongunstige verhoudingen tussen Zn en de betreffende metalen rekening worden gehouden met storingen, omdat bij het terugschudden van Zn in verdund zuur ook de dithizonaten van andere metalen kunnen ontleden en in de waterfase overgaan.

Samenvattend kan gesteld worden dat de zinkbepaling, mits uitgevoerd door bekwaame analytische krachten, in niet te lage concentraties redelijk goed uitvoerbaar is. De onvoldoende gevoeligheid, de grotere kans op storingen juist bij de relatief lage concentraties, en de omslachtige analytische procedure maken het wenselijk de mogelijkheden van een snellere, gevoeliger en minder storingsafhankelijke methode na te gaan.

## PRINCIPE VAN DE ATOOMABSORPTIESPECTROFOTOMETRIE

Sinds een aantal jaren is de bepaling van metalen met behulp van atoomabsorptiespectrofotometrie in opkomst. Het principe van de bepaling is als volgt: Het te bepalen metaal wordt in oplossing gebracht en in een matig hete vlam (2000-2200 °C) verstoven. In de vlam verdampt het oplosmiddel en worden de metaalzouten in één of meer stappen gedissocieerd tot vrije atomen. De temperatuur van de vlam wordt zo gekozen dat er geen of slechts weinig ionisatie van het te bepalen metaal optreedt. De atomen, die energetisch voor het grootste deel in de grondtoestand verkeren, kunnen lichtenergie absorberen waarvan de fotonenergie gelijk is aan de excitatie-energie van de valentie-electronen van het desbetreffende metaalatom. Door deze wolk van atomen te bestralen met licht van exact deze excitatie-energie zullen de atomen in de vlam dit licht absorberen, en zelf in de aangeslagen toestand komen. De lichtabsorptie kan gemeten worden en is een maat voor de concentratie van het betreffende metaal in de verstoven oplossing. In de meeste gevallen voldoet deze lichtabsorptie binnen een bepaald concentratiegebied aan de wet van Lambert-Beer. Buiten dit concentratiegebied is het verband tussen concentratie en absorptie niet lineair.

### Voordelen van de toepassing van atoomabsorptiespectrofotometrie

Als stralingsbron wordt over het algemeen gebruik gemaakt van "holle-kathodelampen". De holle kathode van deze lampen is vervaardigd van het zuivere metaal, en zal dus op grond hiervan uitsluitend het spectrum van het te bepalen metaal uitzenden. Uit dit spectrum wordt, met behulp van een monochromator, de meest geschikte (gevoelige) lijn geïsoleerd. De atoomabsorptiespectrofotometrie is dus zeer specifiek en geheel vrij van spectrale storingen. De spectrale bandbreedte van de door de holle-kathodelamp uitgezonden

lijnen is zeer gering, evenals die van de lijnen van het atoomabsorptiespectrum, dit in tegenstelling tot de (natte) spectrofotometrie waar we met continue lichtbronnen en zeer brede absorptiemaxima te doen hebben. Het gevolg is een grotere gevoeligheid van de atoomabsorptiespectrofotometrie. Ten opzichte van de vlamemissiespectrofotometrie biedt de atoomabsorptiespectrofotometrie het voordeel dat in de vlam de meeste atomen in de grondtoestand verkeren en dus een bijdrage tot de absorptie leveren. Bij vlamemissie komen slechts enkele procenten van de aanwezige atomen in de vlam tot emissie, welke percentage gemakkelijk door uitwendige omstandigheden beïnvloed kan worden. De vlamemissiespectrofotometrie is daardoor veel meer aan storingen onderhevig dan de atoomabsorptiespectrofotometrie.

#### Nadelen van de atoomabsorptiespectrofotometrie

De afwezigheid van spectrale storingen wil niet zeggen dat er in het geheel geen storingen zouden zijn. Deze houden voornamelijk verband met de chemische of fysische eigenschappen van de te verstuiven oplossing, zoals vorming van moeilijk ontleedbare zouten in de vlam, verschillen in viscositeit waardoor de verstuiving minder goed reproduceerbaar is, enz. Bovendien kan bij een gering monsteraanbod de hoge aanschaffingsprijs van het meetapparaat en de lampen een belemmering zijn voor het toepassen van deze techniek. Voor ieder element moet een holle-kathodelamp worden aangeschaft, waarvan de levens- en de gebruiksduur beperkt is. Combinatielampen, waarmee spectra van twee of meer metalen gevormd worden, hebben - vooral bij de hoogste gevoeligheden - minder gunstige eigenschappen en vinden voornamelijk toepassing bij de routinebepalingen van daarvoor geschikte elementen in niet te lage concentraties.

In de volgende hoofdstukken worden de analytische aspecten van de zinkbepaling met atoomabsorptie kritisch behandeld.

## PROCEDURE

Een volledig analysevoorschrift voor de bepaling van zink in grond met atoomabsorptiespectrofotometrie wordt gegeven in het aanhangsel. In een destructiekolf van 250 ml wordt 1 g grond gedeutereerd met 20 ml Fleischmannzuur. Als na destructie de oplossing nog niet helemaal kleurloos is wordt de destructie voltooid met enkele druppels perchloorzuur 70%. Het destruaat wordt met 20 ml gedemineraliseerd water gedurende enkele minuten gekookt. Na afkoelelen wordt het destruaat met gedemineraliseerd water overgespoeld in een maatkolf van 200 ml. De kolf wordt aangevuld en gemengd. De inhoud wordt gefiltreerd over een vouwfilter (640D MN 15 cm) in een droge erlenmeyer van 300 ml.

### Meting

Het heldere extract wordt rechtstreeks of na verdunnen gemeten in de atoomabsorptiespectrofotometer. De resultaten worden berekend door een standaardreeks te bereiden uit een zuiver zinkzout ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  p.a. Merck), waaraan zoveel zwavelzuur is toegevoegd als in het monster aanwezig is.

### Meetgegevens

Voor het onderzoek kon beschikt worden over een atoomabsorptiespectrofotometer fabrikaat Techtron type AA 100, met een zinkholle-kathodelamp. Het apparaat is uitgerust met een laminaire brander met één spleet van 10 cm, geschikt voor een gasmengsel van acetyleen en lucht. Stroomsterkte van de lamp: 8 mA; versterking 5. Golflengte: 213,9 nm; gevoeligheid bij 1% absorptie: 0,02 ppm (in de meetoplossing).

## RESULTATEN EN DISCUSSIE

### Ontsluiting

Voor de bepaling van totaal zink in grond wordt het monster ontsloten door destructie met een mengsel van geconcentreerd zwavelzuur en geconcentreerd salpeterzuur (Fleischmannzuur 1:1). Dat met de toegepaste ontsluitingsmethode inderdaad al het aanwezige zink in oplossing wordt gebracht is gebleken door de analyseresultaten te vergelijken met die welke met neutronenactiveringsanalyse zijn verkregen (in samenwerking met het Interuniversitair Reactor Instituut te Delft). De overeenstemming tussen de met beide methoden verkregen resultaten was uitstekend.

### Storingen

#### Zwavelzuur

Omdat uitgegaan wordt van het met zwavelzuur (-salpeterzuur) ontsloten monster is eerst nagegaan of het zwavelzuur invloed heeft op de absorptie. Hiertoe werden twee standaardreeksen vergeleken, één zonder en één met toevoeging van 10 ml zwavelzuur/200 ml meetoplossing (tabel I).

TABEL I. Invloed van 5 vol. %  $H_2SO_4$  op de absorptie van zink

Standaardreeks	Aflezings zonder $H_2SO_4$	Aflezings met $H_2SO_4$
water	0,000	0,000
0 ppm	0,000	0,015
0,1 ppm	0,030	0,046
0,2 ppm	0,061	0,075
0,5 ppm	0,152	0,166
0,7 ppm	0,210	0,232
1,0 ppm	0,300	0,316
2,0 ppm	0,598	0,610



Uit tabel I blijkt dat 5 volumeprocenten zwavelzuur in de meetvloeistof weliswaar een geringe verhoging van de blanco-waarde tot gevolg heeft, maar dat na aftrek daarvan de absorptie geen invloed ondervindt. Gerstenfeldt (1962) vindt geen storingen met 1% zwavelzuur. David (1958) nam een afname van de absorptie waar bij toenemende zwavelzuurconcentraties van 2, 5 en 10 volumeprocenten. De storingen bij David kunnen echter ontstaan zijn omdat hij met een lagere vlamtemperatuur heeft gewerkt.

#### Metaalionen en enkele zuurrestionen

De metalen K, Na, Ca, Mg, Mn, Cu, Co, Cr en Fe, en de zuurresten  $\text{PO}_4$ ,  $\text{SO}_4$ , Cl en  $\text{NO}_3$  zijn afzonderlijk en als mengsels aan standaardreeksen toegevoegd in concentraties tot 1000 ppm in de meetoplossing. In overeenstemming met de bevindingen van Menzies (1960) werd geen invloed ondervonden. Gerstenfeldt (1962) vindt bij 2000 ppm in de meetvloeistof geen storing van Al. Zij vindt een lichte depressie van de absorptie van Zn indien Al in een concentratie van 10 000 x die van zink voorkomt.

#### Perchloorzuur

Aan perchloorzuur werd aandacht besteed omdat de mogelijkheid aanwezig is dat na de destructie van grond perchloorzuur in het monster achterblijft. Zelfs bij vijfvoudige hoeveelheden  $\text{HClO}_4$  werd geen storing waargenomen. Allen (1969) gebruikt eveneens  $\text{HClO}_4$  bij de destructie van biologisch materiaal en voegt ter compensatie perchloorzuur aan de standaardoplossingen toe. De noodzaak hiervan wordt door ons betwijfeld.

#### Kiezelzuur

Het grootste deel van de silicaten, die in grondmonsters vaak in ruime hoeveelheden aanwezig zijn, worden bij de destructie neergeslagen. De overblijvende, oplosbare, silicaten kunnen met metalen verbindingen vormen die in de vlam moeilijk dissociëren. Bij een zuivere zink-standaardoplossing stoort silicaat vanaf 200 ppm Si in de meetvloeistof. Zijn andere metalen (als ijzer en aluminium) aanwezig, zoals in grondmonsters, dan worden die bij voorkeur gebonden en

treedt de storing van de zinkbepaling pas bij 5000 ppm Si op. Het is niet denkbaar dat deze Si-concentraties in de meetoplossing op kunnen treden. Bij de bepaling van ijzer en aluminium is echter een Si-storing te verwachten. Bij de bepaling van silicium met atoomabsorptie worden hetere vlammen gebruikt (Allen, 1969).

#### Magnesium + sulfaat

Eerder is gebleken dat magnesium en sulfaat bij de meting van zink niet storen. Bij gelijktijdige aanwezigheid van magnesium en sulfaat in de meetoplossing wordt echter een belangrijke storing gevonden (tabel II). Gerstenfeldt (1962) heft deze storing op door in 0,1 n HCl te meten. Dit konden wij niet bevestigen, mogelijk door de zeer ongunstige verhouding tussen sulfaat en magnesium in de gronddestruaten. De magnesium-sulfaatstoring is nu bij verschillende zwavelzuur en magnesiumconcentraties onderzocht (tabel III).

TABEL II. Storing door magnesium en sulfaat bij de zinkbepaling

Zn-conc.	Toevoeging		Aflezing
1 ppm	geen		0,300
1 ppm	1000 ppm Mg	als $MgSO_4$	0,200
1 ppm	1000 ppm Mg	als $MgNO_3$	0,300
1 ppm	1000 ppm $SO_4$	als $K_2SO_4$	0,300

TABEL III. Storing door Mg en  $SO_4$  in verschillende concentraties

Zn-conc. (ppm)	Mg-conc. (ppm)	Zwavelzuurconcentratie (vol. %)					
		0	0,5	1,0	2,0	4,0	5,0
1	0	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300
1	10	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300
1	20	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300	0,300
1	40	0,300	0,280	0,280	0,280	0,280	0,280
1	100	0,300	0,240	0,245	0,245	0,240	0,240
1	400	0,300	0,300	0,230	0,220	0,260	0,260

Uit tabel III blijkt dat bij 40 ppm Mg in de meetvloeistof en 0,5 volumepercent zwavelzuur (de gebruikelijke concentratie) pas storing op gaat treden, bij de gebruikelijke verdunningen komt dit overeen met 0,8% Mg in de grond: een ongebruikelijk hoog gehalte. Onder deze omstandigheden is de magnesium-sulfaatstoring dus niet actueel. Bij geringere verdunningen (bijv. 2 g grond in 100 ml meetvolume) dient met deze storing rekening te worden gehouden.

### Meetbereik

Het meetbereik is bij het volgen van de voorgestelde procedure 0,04-2,0 ppm in de meetvloeistof, overeenkomende met 8-400 ppm in het grondmonster. Boven 2,0 ppm Zn is de ijkcurve niet recht; met gebruikmaking van een ijkgrafiek of met een meetapparaat uitgerust met een curvecorrector kan bij hogere concentraties gemeten worden.

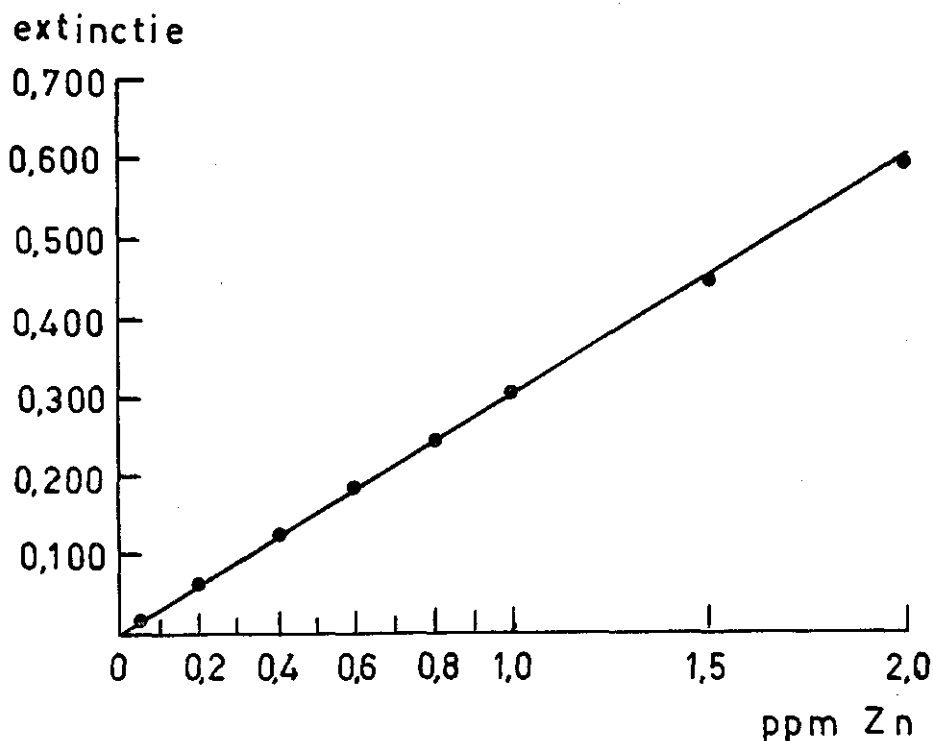


Fig. 1. Ijkgrafiek voor zink. De standaard is bereid uit  $\text{ZnSO}_4$ .

Gerstenfeldt (1962) vermeldt dat hij een rechtlijnig verband tussen concentratie en absorptie vindt tot 10 ppm. Dit blijkt echter niet uit de desbetreffende publikatie, waarin de ijkcurve boven 1,5-2,0 ppm Zn niet rechtlijnig is. Buchanan en Muraoka (1964) vonden eveneens een rechte ijklijn tot 2,0 ppm Zn. Bij hogere concentraties dan 400 ppm kan men òf de oplossing verdunnen (de meest voor de hand liggende oplossing) of een minder gevoelige resonantielij n selecteren. Gambrell (1971) beweert bij 307,6 nm een rechte ijklijn te vinden tot 60 ppm in de meetvloeistof. Wij konden dit niet reproduceren: boven 2,0 ppm Zn week de ijklijn af van de rechte lijn. In figuur 1 is een ijklijn voor Zn weergegeven.

#### Reproduceerbaarheid van de meting

Bij de atoomabsorptiemetingen zijn de resultaten in grote mate afhankelijk van de juiste meetinstellingen. De reproduceerbaarheid van de meting is bepaald door verdunde destrukaten van twee grondmonsters, één met een laag en één met een hoog zinkgehalte, elk tien maal te meten. Tussen de metingen werd iedere instelbare functie zoals golflengte, nulpunt, stroomsterkte van de lamp, versterking, enz. opnieuw ingesteld. De resultaten zijn vermeld in tabel IV.

TABEL IV. Reproduceerbaarheid van de metingen

	Aflezingen monster I (20 ppm Zn)		Aflezingen monster II (140 ppm Zn)	
	0,044	0,045	0,234	0,234
	0,044	0,045	0,235	0,234
	0,043	0,044	0,232	0,232
	0,044	0,045	0,232	0,232
	0,045	0,044	0,234	0,232
gemiddelde	0,044 ± 0,001		0,233 ± 0,001	
rel.standaard afw.	2,5%		0,4%	

Uit deze gegevens blijkt dat de reproduceerbaarheid van de meting uitstekend is. Uiteraard wordt de relatieve fout bij de lagere concentraties groter.

### Reproduceerbaarheid van de bepaling

Door vergelijking van de meetresultaten van standaardgrondmonsters, die bij iedere serie routinebepalingen worden meebepaald kan de reproduceerbaarheid worden berekend. Uit 40 bepalingen werd een gemiddelde van  $653 \pm 20 \mu\text{g Zn/g}$  berekend, met een relatieve standaardafwijking van 2,7%.

### Recoveryproeven

De betrouwbaarheid van een bepalingmethode kan ook getoetst worden door te bepalen of een bekende aan het oorspronkelijke monster toegevoegde hoeveelheid zink kwantitatief wordt teruggevonden. In tabel V worden de resultaten van een recoveryproef vermeld.

TABEL V. Recovery van aan grond toegevoegde zinkstandaardoplossing

Omschrijving	ppm Zn bepaald	ppm Zn toegevoegd	ppm Zn teruggevonden	Recovery in % van toegevoegd
monster	609			
id. + 50 $\mu\text{g Zn}$	662	50	53	106
id. + 75 $\mu\text{g Zn}$	684	75	75	100
id. + 100 $\mu\text{g Zn}$	710	100	101	101

De aan het droge grondmonster toegevoegde zink wordt dus, binnen de foutengrenzen, volledig teruggevonden.

### Vergelijking zinkgehalten grond bepaald met atoomabsorptie en colorimetrie

Alvorens de in gebruik zijnde colorimetriscche zinkbepaling geheel te vervangen door de bepaling met atoomabsorptie is in een groot aantal monsters het gehalte met beide methoden bepaald (tabel VI). De overeenkomst van de op beide wijzen bepaalde gehalten is goed.

TABEL VI Vergelijking van zinkgehalten in grondmonsters

Monsterno. en jaar	At.absorp. (ppm Zn)	Colorim. (ppm Zn)	Monsterno. en jaar	At.absorp. (ppm Zn)	Colorim. (ppm Zn)
386 (1969)	208	196	331(1969)	820	802
379 (1969)	1192	1198	339(1969)	860	866
368 (1969)	1140	1130	370(1969)	1186	1179
384 (1969)	860	808	385(1969)	978	973
322 (1969)	633	640	610(1959)	126	134
327 (1969)	940	957	309(1956)	34	38
338 (1969)	1020	1027	441(1957)	134	154
440 (1959)	136	131	443(1957)	146	155
437 (1957)	132	131	324(1969)	1060	1080
438 (1957)	94	94	340(1969)	900	904
307 (1956)	28	39	445(1957)	55	62
592 (1959)	55	61			

## CONCLUSIE

Uit de in dit rapport gegeven beschouwingen en waarnemingen blijkt duidelijk dat de bepaling van totaal-zink met atomaire absorptie niet alleen de klassieke colorimetrische zincon-bepaling uitstekend kan vervangen, maar bovendien belangrijke voordelen biedt. Deze zijn: grotere gevoeligheid, geringere storingsgevoeligheid, en eenvoudiger en snellere uitvoeringstechniek.

De methode is voor alle Nederlandse grondsoorten zonder meer toe te passen. Uit activeringsanalyse is gebleken dat met de gebruikte ontsluiting al het aanwezige zink in oplossing wordt gebracht.

In een bijvoegsel wordt het in het laboratorium gebruikte bepalingsvoorschrift gegeven.

## SUMMARY

Total-zinc determination in soil with the aid of atomic absorptie spectrophotometry

In this report a method is discussed for the determination of the total-zinc content of soil with the aid of atomic absorption. In comparison with the colorimetric dithizon method atomic absorption is less laborious and less time-consuming.

Digestion of the sample with concentrated  $\text{H}_2\text{SO}_4$ - $\text{HNO}_3$  and  $\text{HClO}_4$  brings into solution all the zinc present in the sample. The presence of  $\text{H}_2\text{SO}_4$  and  $\text{HClO}_4$  in the sample solution does not interfere in the determination, neither do the cations and anions usually occurring in soils.

When both  $\text{SO}_4$  and Mg are present in the sample solution an interference is found. This interference, however, is found at higher concentrations of Mg than normally occur in soils.

The results of the determinations with atomic absorption are in good agreement with those found with the colorimetric method.



## LITERATUUR

- Allan, J. E., 1969. The preparation of agricultural samples for analysis by atomic absorption spectroscopy. Varian Aerograph/Varian Techtron, Walnut Creek, Calif.
- Binnerts, W. Tj., 1960. Zinkbepaling met zincon en de beschermende werking van polyfosfaten in de bepaling van sporenelementen. Chem. Weekbl. 56: 66-67.
- Buchanan, J. R. and Muraoka, T. T., 1964. Determination of zinc and manganese in tree leaves by atomic absorption spectroscopy. At. Absorption Newslett. 3(24): 1-5.
- Burrell, D. C. and Güner Wood, G., 1969. Direct determination of zinc in sea water by atomic absorption spectroscopy. Anal. Chim. Acta 48: 45-49.
- Campen, W. A. C. en Dumoulin, H., 1969. Een methode voor de verassing van organisch materiaal zonder kans op vervluchtiging van zink en de bepaling van zink volgens de dithizonmethode. Chem. Weekbl. 55: 632-633.
- David, D. J., 1958. Determination of zinc and other elements in plants by atomic absorption spectroscopy. Analyst 83:655-661.
- Gambrell, J. W., 1971. The determination of lead and zinc as principal constituents by atomic absorption spectroscopy. At. Absorption Newslett. 4: 81-83.
- Gerstenfeldt, H., 1962. Zur Absorptionsflammenfotometrischen Bestimmung von Zink in pflanzlichen und tierischen Material, Düngemitteln und Böden. Landwirt. Forsch. 15:64-74.
- Hibbard, P. L. A., 1937. A dithizon method for measurement of small amounts of zinc. Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 9: 66-72.
- Koch, O. G., und Koch-Dedic, G. A., 1964. Handbuch der Spurenanalyse. Springer, Berlin.
- Menzies, A. C., 1960. A study of atomic absorption spectroscopy. Anal. Chem. 32: 898-904.

- Rush, R.M. and J.H. Yoe, 1954. Colorimetric determination of zinc and copper with 2-carboxy-2'-hydroxy-5'-sulfoformazylbenzene. *Anal. Chem.* 26: 1345-1347.
- Stupar, J., and Furlan, J. and Glazer, I., 1967. Determination of trace elements in plant and soil extracts by atomic absorption spectrophotometry. *Landwirt. Forsch.* 20: 12-27.
- Wichmann, H.J., 1939. Isolation and determination of traces of metals. The dithizone system. *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 11: 66-72.
- Yoe, J.H. and Rush, R.M., 1952. A new colorimetric reagent for zinc. *Anal. Chim. Acta* 6: 526-528.

## AANHANGSEL

## Bepaling van zink in grond met atoomabsorptiespectrofotometrie

In een platbodemdestructiekolf van 250 ml wordt 1 g gedroogde en gemalen grond ingewogen. Hieraan wordt toegevoegd 20 ml Fleischmann-zuur 1:1. De grond wordt hiermee goed bevochtigd. De kolf wordt op een electrisch zandbad geplaatst en matig verwarmd (bij Inventum zandbad: stand 2) tot witte nevels ontwijken. De kolf wordt van het zandbad verwijderd om af te koelen. Nadat enkele druppels geconcentreerd salpeterzuur zijn toegevoegd, wordt de kolf weer op het zandbad verwarmd. Dit wordt herhaald tot het destruaat melkachtig wit geworden is. Uit een druppelflesje wordt 5 druppels geconcentreerd perchloorzuur toegevoegd en weer verwarmd. Dit wordt twee maal herhaald. Als er geen verkoolde deeltjes meer zichtbaar zijn, is de destructie voltooid en wordt nog 10-15 minuten verhit om het perchloorzuur volledig te verdrijven.

Aan het volledig afgekoelde destruaat wordt 20 ml gedemineraliseerd water toegevoegd en gedurende enige minuten gekookt onder omzwenken. Het destruaat wordt kwantitatief overgespoeld met gedemineraliseerd water in een maatkolf van 200 ml. De maatkolf wordt aangevuld en de inhoud gemengd. Het aldus verkregen grondextract wordt gefiltreerd in een droge erlenmeyer van 300 ml via een vouwfilter (bijv. MN 640 D 15 cm).

Dit extract wordt rechtstreeks gemeten in de atoomabsorptiespectrofotometer. De resultaten worden berekend uit de aflezingen van een standaardreeks.

## Bereiding standaardreeks

De standaardreeks loopt van 0 tot 2,0 ppm, en wordt bereid uitgaande van  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  p. a. Merck (of overeenkomstige kwaliteit). Uit een

oplossing die 0,02 mg Zn/ml bevat wordt gepipeteerd resp. 0, 1, 2, 4, 5 en 10 ml in maatkolven van 100 ml. De maatkolven worden half gevuld met gedemineraliseerd water. Daarna wordt 5 ml geconcentreerd zwavelzuur toegevoegd, en na afkoelen met gedemineraliseerd water aangevuld en gemengd. De stamoplossing van 0,02 mg Zn/ml wordt iedere dag vers bereid.

Indien het zinkgehalte van het monster te hoog is (aflezing hoger dan de meest geconcentreerde standaard), wordt uit het de-struaat een verdunning gemaakt. Er dient op gelet te worden dat de zwavelzuurconcentratie in monster en standaardreeks gelijk is.

De ijklijn is recht tot 2 ppm Zn in de meetoplossing.