

RIJKSLANDBOUWPROEFSTATION WAGENINGEN.

Analyse-methoden bij contrôle-onderzoekingen

DOOR

Dr. G. B. VAN KAMPEN.

(Ingezonden 11 October 1927).

Afgezien van de mogelijkheid in hoeverre een Rijkslandbouwproefstation voor contrôle-onderzoek „self-supporting” kan zijn, moet als eisch gesteld worden, dat de kosten, verbonden aan de analytische werkzaamheden, tot een minimum beperkt blijven.

Een van de belangrijkste factoren die hierop invloed oefenen, zijn de methoden van onderzoek. Voor een groot deel is laboratorium-efficiency van de volmaaktheid van die methoden afhankelijk. Zij moeten daarom de voortdurende aandacht van het aan de proefstations voor contrôle-onderzoek verbonden wetenschappelijk personeel hebben, waarbij er eenerzijds naar gestreefd zal moeten worden de te verrichten arbeid zoo gering mogelijk te doen zijn en anderzijds het gebruik van chemicaliën, gas, electriciteit, water, enz., zooveel doenlijk te beperken.

De eerste factor, de menselijke arbeid, is, wat de kosten betreft, natuurlijk overwegend. Alles wat kan leiden tot een beperking van dien arbeid of tot het zoo oeconomisch mogelijk gebruik daarvan, zal dus in den laboratoriumdienst een belangrijke besparing betekenen. Toch mag ook een bezuiniging, uit materiaalbesparing verkregen, niet verwaarloosd worden.

Uit beide oogpunten bieden micro- of half-micromethoden belangrijke voordeelen.

De toepassing van deze methoden bij bepaalde onderzoekingen is echter geheel afhankelijk van de vraag of het analysemateriaal de microanalyse mogelijk maakt. Een eerste vereischte voor de toepassing van micromethoden is toch, dat de te analyseren stof micro-homogeen is.

Wat deze voorwaarde betreft, verkeert een proefstation, waar voornamelijk voedermiddelen onderzocht worden, in ongunstige omstandigheden. Men kan zich voorstellen, dat het bv. mogelijk zou blijken om het bemonsteren van enkelvoudige voedermiddelen zoodanig te doen geschieden, dat bij stoffen als lijnkoek, grondnotenkoek, sojameel, enz., het analysemateriaal voldoende homogeen ver-

2100567

kregen zou worden voor een micro-, resp. half-microbepaling. Het is echter praktisch onmogelijk om materiaal, dat uit den aard der zaak zeer dishomogeen is, zooals bv. diermeel, vischmeel, ochtendvoeder, enz., voor de microanalyse geschikt te maken.

Ruimere perspectieven openen zich o.i. in deze richting bij het meststoffenonderzoek, waar bv. producten als Thomasfosphaatmeel, kalizouten, stikstofmeststoffen, zonder bezwaar in een voor microanalyse geschikten vorm zijn te brengen.

Wat het Thomasfosphaatmeel betreft ben ik in de gelegenheid geweest aan te toonen, dat men hier met even groote nauwkeurigheid als met de macroanalyse te bereiken valt, de half-microbepaling van het totaal- P_2O_5 kan uitvoeren. Ik spreek van half-microbepaling, omdat de bijzondere techniek der microanalyse hier niet vereischt wordt en men dus ook zonder bezwaar de analyse door geschoolde analysten kan laten verrichten.

De door mij verrichtte P_2O_5 -bepalingen in Thomasfosphaatmeel, waarvan het gehalte door het Rijkslandbouwproefstation te Maastricht was bepaald, zijn slechts bedoeld als contrôle van de totaal- P_2O_5 -bepaling in phosphorzure voederkalk, die volgens bedoelde half-micromethode aan het station voor veevoederonderzoek werd beproefd.

Niettemin mag men uit de goede resultaten tot de mogelijkheid van eene belangrijke besparing bij de meststoffencontrôle besluiten.

Reeds in het jaar 1924 vestigde DAFERT ¹⁾ de aandacht op de aanmerkelijke besparing die op de kosten van het laboratoriumonderzoek bij contrôlediensten verkregen zou kunnen worden door zooveel mogelijke invoering van microanalytische methoden.

Zoo berekent hij, dat bij toepassing der microanalyse, de kosten voor P_2O_5 -bepaling $\frac{1}{12}$, die voor K_2O -bepaling $\frac{1}{45}$ en die voor N-bepaling slechts $\frac{1}{50}$ van die der macrobepaling zouden bedragen.

In hetzelfde jaar zijn door DAFERT en NEUMANN-SPALLART ¹⁾ de uitkomsten medegedeeld van door hen verrichte microchemische P_2O_5 -bepalingen in minerale phosphaten, Thomasfosphaat, superphosphaat en beendermeel. De resultaten waren zeer goed en de verschillen tusschen micromethode en de gewone methode volgens v. LORENZ waren kleiner dan de afwijkingen tusschen de officieele macromethoden. Vooral bij Thomasfosphaatmeel liet de overeenstemming tusschen de uitkomsten der micromethode en de macromethode volgens v. LORENZ niets te wenschen over.

DAFERT en NEUMANN-SPALLART voerden de bepaling als volgt uit:

1 gram ruw fosphaat wordt in een Kjeldahl-kolfje van 50—100 cc. met 15 cc. geconcentreerd salpeterzuur overgoten en

1) Verbesserungen im landwirtschaftlich-chemischen Untersuchungsdienst, Chem. Ztg. 48, 1924, (n^o. 45) blz. 229.

1) Zur Anwendung mikrochemischer Verfahren in der Düngerkontrolle. Zeitschr. f. d. landwirtschaftliche Versuchswesen in Deutsch-Österreich, 27, Jahreshft 1924, 5.

gedurende een kwartier boven een kleine vlam verhit, waarbij het kolfje bedekt is. Daarna wordt afgekoeld, in een 1-Litermaatkolf overgespoeld, aangevuld en gefiltreerd. Van het filtraat worden 10 cc. (= 10 mgr. stof) afgepipetteerd, 2 cc. zwavelzuurhoudend salpeterzuur volgens v. LORENZ toegevoegd en op een waterbad verwarmd. Na 15 minuten voegt men aan de warme oplossing 15 cc. sulfaatmolybdeenoplossing toe, waarna men gedurende 3 minuten laat bezinken. Dan wordt ongeveer $\frac{1}{2}$ minuut omgeschud, waarna het neerslag na $\frac{1}{2}$ — $\frac{3}{4}$ uur door een gewogen filterbuisje wordt gefiltreerd. Het neerslag wordt met 2%-ig ammoniumnitraat, daarna 1 maal met alcohol en 2 maal met aceton uitgewassen. Nadat het buisje gedurende eenigen tijd in een vacuumexsiccator is geplaatst, wordt het op de macrobalans gewogen.

Met enkele wijzigingen heb ik deze methode, die grootendeels ontleend is aan de beschrijving van de microanalytische bepaling van P in het standaardwerk van PREGL ¹⁾, beproefd voor de bepaling van het totaal-P₂O₅-gehalte in phosphorzure voederkalk.

Daartoe ben ik als volgt te werk gegaan:

1 gram voederkalk wordt in een maatkolf van $\frac{1}{2}$ Liter gedurende 5 minuten gekookt met 40 cc. van het voor de bepaling van het totaal-P₂O₅-gehalte gebruikelijke zuurmengsel ²⁾, afgekoeld, tot 500 cc. aangevuld en gefiltreerd.

Van het filtraat wordt 5 cc. (= 10 mgr. stof) in een hoog beker-glaasje van 50 cc. inhoud gepipetteerd, waarna men 2 cc. H₂SO₄-houdend salpeterzuur en 15 cc. sulfaatmolybdeenoplossing toevoegt op de wijze als boven beschreven.

Voor het filtreren wordt door mij gebruik gemaakt van een porcelainen Jena-filtreerkroesje (filterbodem < 7). Na $\frac{1}{4}$ uur in een vacuumexsiccator (100—200 m.M. luchtdruk) te hebben gestaan, wordt gewogen.

Bij deze werkwijze is in de eerste plaats het tijdroovende overspoelen uit het Kjeldahlkolfje vermeden. Verder heeft het filtreren door een Jena-filterkroesje het voordeel, dat men geen gevaar loopt voor verlies aan geel neerslag, hetgeen, zooals ik uit ervaring weet, bij gebruik van een Gooch-kroesje, waarvan de bodem met een papieren filterschijfje is bedekt, dikwijls zeer moeilijk te voorkomen is.

Onderstaande cijfers zijn bij de totaal-P₂O₅-bepaling in phosphorzure voederkalk volgens de officieele methode v. LORENZ en volgens de half-micromethode verkregen. De cijfers zijn het gemiddelde van 2 bepalingen.

1) Die quantitative organische Mikroanalyse, 2e Auflage, 1923.

2) Methoden van onderzoek aan het R. L. P. te Maastricht.

Nummer van het monster.	Officieele macro-methode.	Half-micro-methode.
250	40.8	40.6
512	40.5	41.0
573	40.5	40.4
943	41.5	41.6
990	40.6	40.8
673	41.0	41.4

De boven vermelde monsters Thomasphosphaat gaven de volgende uitkomsten:

Monster.	P ₂ O ₅ -bepaling	
	R.P.L. Maastricht.	Half-micro-methode.
A	15.3	15.4—15.5
B	16.0	16.1—16.15
C	16.6	16.6—16.6—16.65
D	17.0	16.8—17.1
E	18.2	18.1—18.4
F	20.0	20.0—20.1

Inplaats van 1 gram af te wegen, zooals bij de analyse van voederkalk, ben ik bij het Thomasphosphaat — teneinde bij gebruik van 5 cc. oplossing een voldoende hoeveelheid geel neerslag te krijgen — uitgegaan van 2 gram stof, die met 80 cc. zuurmengsel in oplossing gebracht werden.

Zooals men ziet zijn de uitkomsten zoowel bij de phosphorzure voederkalk als bij het Thomasphosphaat zoo goed als men verlangen kan.

De voordeelen dezer werkwijze liggen voor de hand.

In spoedgevallen is het mogelijk een P₂O₅-bepaling in voederkalk in 1½ uur gereed te hebben. De besparing aan materiele kosten is aanzienlijk. Vooral voor het meststoffenonderzoek is deze van niet te onderschatten belang. Per monster Thomasphosphaat wordt bespaard: 120 cc. zuurmengsel (waarvan ¼ gedeelte sterke zuren), 38 cc. zwavelzuurhoudend salpeterzuur, dus totaal 58 cc. sterk zuur, benevens 35 cc. sulfaatmolybdeenoplossing.

Volgens het verslag van het Rijkslandbouwproefstation te Maastricht over 1925—1926 zijn gedurende dat jaar 8773 monsters Thomasphosphaat en 490 monsters ruw fosphaat onderzocht. Beperkt men de half-micro P₂O₅-bepaling tot deze monsters, dan zou met de toepassing daarvan over genoemde periode alleen reeds een besparing van ruim 5,4 Hectoliter sterk zuur (salpeterzuur, zwavelzuur en zoutzuur) en van bijna 3¼ Hectoliter sulfaatmolybdeenoplossing ver-

kregen zijn, afgezien van het sterk verminderde gasverbruik en van de winst aan arbeidstijd tengevolge van de vermindering van de te filtreren hoeveelheid vloeistof van 926 L. tot ruim 200 L.

Bij de toepassing van de half-micromethode ook op de monsters superphosphaat, zou de besparing nog veel grooter zijn.

Wat het voedermiddelenonderzoek betreft, opent de studie van de micro- of half-micromethoden, voor zoover de te onderzoeken producten zich voor toepassing daarvan leenen, ook verder goede uitzichten om op het verbruik aan materiaal zoowel als op werkkracht in belangrijke mate te besparen.
