

CENTRAAL INSTITUUT VOOR LANDBOUWKUNDIG ONDERZOEK

Gestencilde Mededelingen

Jaargang 1951

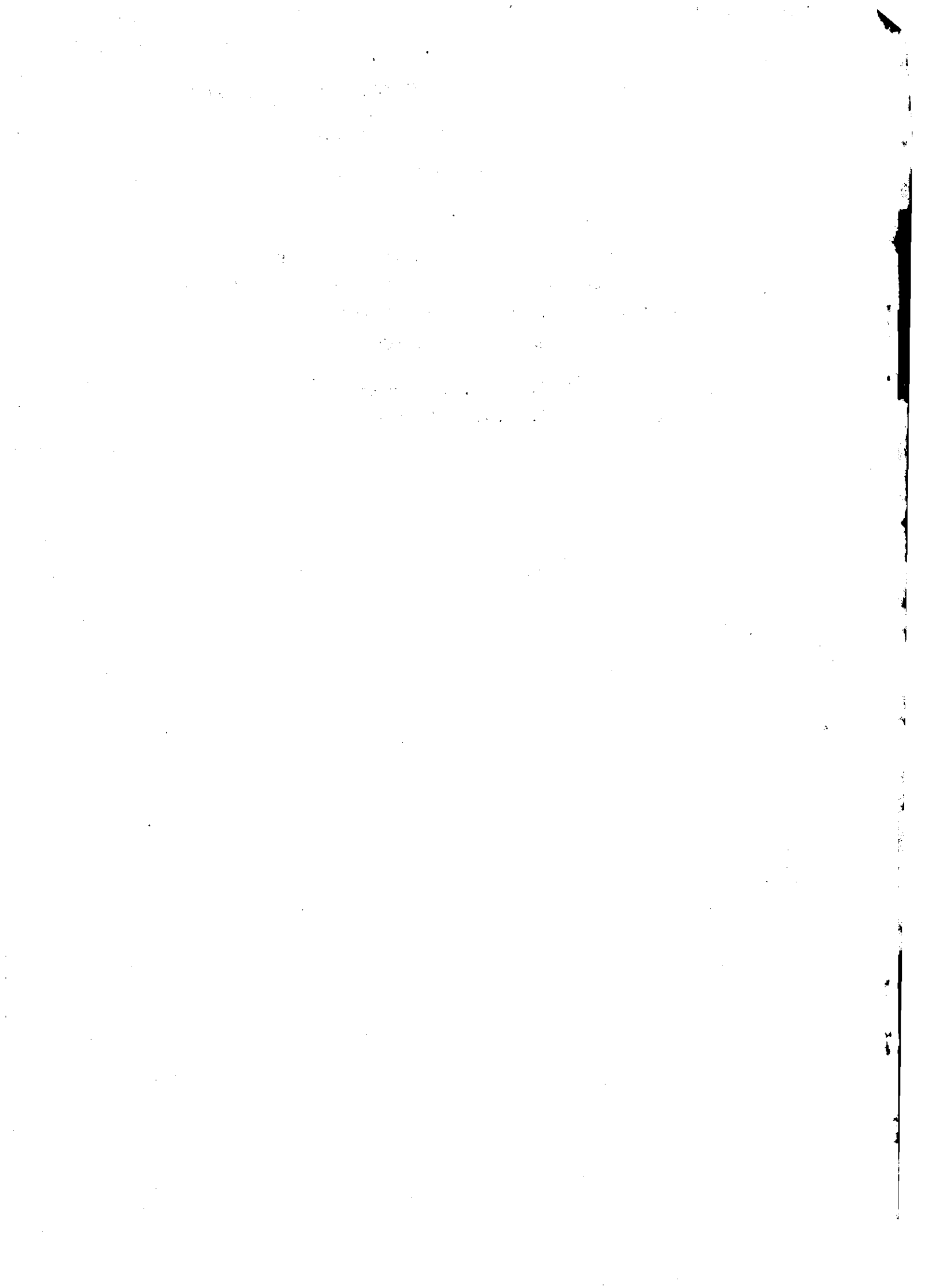
nr. 13

TOEPASSING VAN DE COLORIMETRISCHE
BEPALING VAN BORIUM MET BEHULP VAN
KARMIJN, VOLGENS DE METHODE VAN
HATCHER EN WILCOX

Mej. Ir C.L. Harberts

Mej. M.S.M. Sosman

2161238



I Deze methode¹⁾ berust op de reactie van borium met een oplossing van karmijn in geconcentreerd zwavelzuur, waarbij storingen door nitraten en nitrieten geëlimineerd worden, door toevoeging van enkele druppels geconcentreerd zoutzuur vóór de toevoeging van het geconcentreerde zwavelzuur.

II Voorschrift

Benodigde chemicaliën

1. Geconcentreerd zoutzuur (p.a.).
2. Zoutzuur 6N.
3. Geconcentreerd zwavelzuur, s.g. 1,84 (p.a.).
4. Karmijnoplossing, 0,05 gew.% in geconcentreerd zwavelzuur.
5. Standaard boorzuur oplossing (857,3 mg boorzuur p.a. per liter gedestilleerd water).
6. Calciumoxyde p.a.

Er werden twee karmijnpreparaten gebruikt, n.l. Carminum "Nacarat" C.M.N. van de N.V. Kon.Pharm.Fabrieken v/h Brocades en Stheeman en Carmine Edward Gurr Ltd. Er was vrijwel geen verschil te bemerken tussen deze twee preparaten.

Het glaswerk werd van te voren met warme kaliloog 1 N behandeld.

Methode

A. Voor water

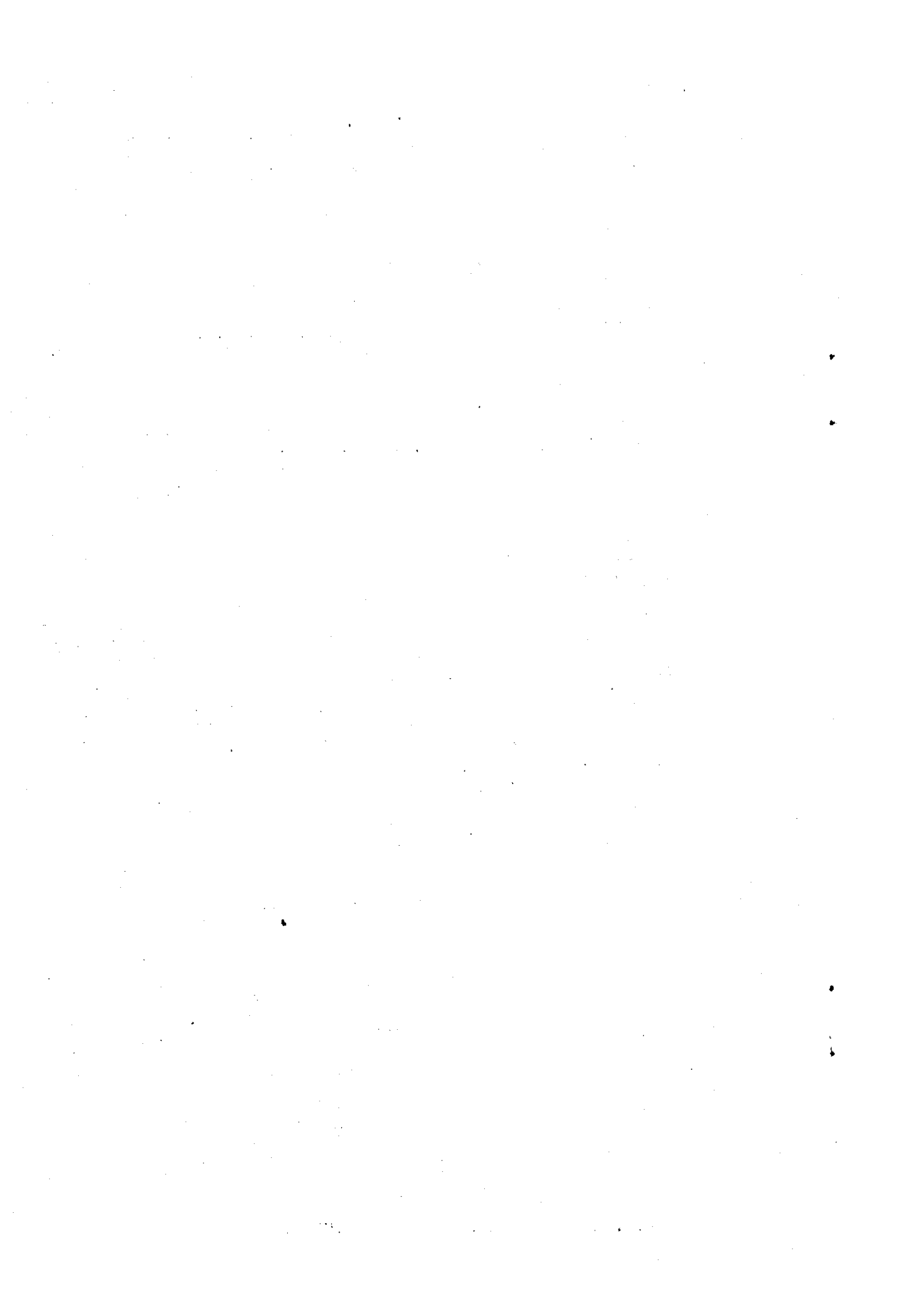
2 ml van het monster wordt in een Erlenmeyer-kolfje van 50 ml gepipetteerd, waarna men 2 druppels geconcentreerd zoutzuur toevoegt. Men voegt vervolgens 10 ml geconcentreerd zwavelzuur toe, mengt en koelt. Nu voegt men 10 ml karmijnoplossing toe en mengt weer. De ontwikkeling van de kleur is afhankelijk van de kamertemperatuur, waarbij wordt gewerkt. Bij 25° C vonden wij, dat de maximale intensiteit reeds na ca. 3 uren was bereikt. Bij 14° C constateerden wij, dat na 4 uren de intensiteit nog niet geheel maximaal was. Werkt men bij ca. 20° C, dan kunnen de metingen na ongeveer 4 uren worden verricht. Bij ca. 15° C verdient het aanbeveling de volgende dag te meten, waarbij men er zorg voor moet dragen, dat de kolfjes gedurende het bewaren goed afgesloten zijn. Wij vonden zelfs na 4 dagen bewaren bij 14-15° C nog dezelfde optische dichtheid als na 22 uren. Bij hogere temperaturen kan de optische dichtheid op den duur wat afnemen.

De optische dichtheid van de verkregen oplossing wordt bepaald bij 600 m μ (cuvette 1 cm) t.o.v. een blanco, die 2 ml gedestilleerd water inplaats van 2 ml boorzuroplossing bevat.

B. Voor gewassen

5-10 gram van het gemalen, luchtdroge monster, wordt in een platina schaal gemengd met calciumoxyde (0,1 gram per gram uitgangsmateriaal) en daarna bij 500-550° C verast. Na afkoelen wordt de as met water bevochtigd; vervolgens wordt, terwijl de schaal met een horlogeglas zo veel mogelijk afgedekt wordt, zoutzuur 6N toegevoegd (15 ml voor 5 gram uitgangsmateriaal) en 30 minuten op een stoombad verhit. De inhoud van de schaal wordt overgespoeld in een maatkolf van 100 ml. Na aanvullen wordt de oplossing gefiltreerd. Van het filtraat pipetteert men 2 ml in een Erlenmeyer-kolfje van 50 ml en volgt verder het voorschrift onder A voor water, met dien verstande, dat men twee druppels gedestilleerd water inplaats van twee druppels geconcentreerd zoutzuur toevoegt.

¹⁾ J.T.Hatcher & L.V.Wilcox. Anal.Chem. 22, 567-569 (1950).



III De colorimetrie

Om na te gaan, welke de gunstigste golflengte is voor de metingen, werd 2 ml van een boorzuoroplossing, die 10 μ B bevatte (dus 5 μ B/ml), behandeld zoals onder A. aangegeven. Bij verschillende golflengten werden daarna de optische dichtheden gemeten (zie bijgaande figuur).

De ijklijn

Verschillende hoeveelheden borium in 2 ml water werden, gelijktijdig met een blanco, die 2 ml gedestilleerd water bevatte inplaats van de boorzuoroplossing, behandeld volgens voorschrift A. De diverse vloeistoffen werden, nadat de kleurontwikkeling afgelopen was, bij een golflengte van 600 m μ gemeten. De ijklijn is een rechte, die tot vergelijking heeft $1000 \times D = 29,5 \times c$, waarin D = de optische dichtheid en c = aantal μ B/2 ml.

IV Enige analyseresultaten

Verschillende soorten gewasmonsters werden onderzocht volgens de methode aangegeven onder B, waarbij de in tabel 1 aangegeven gehalten gevonden werden.

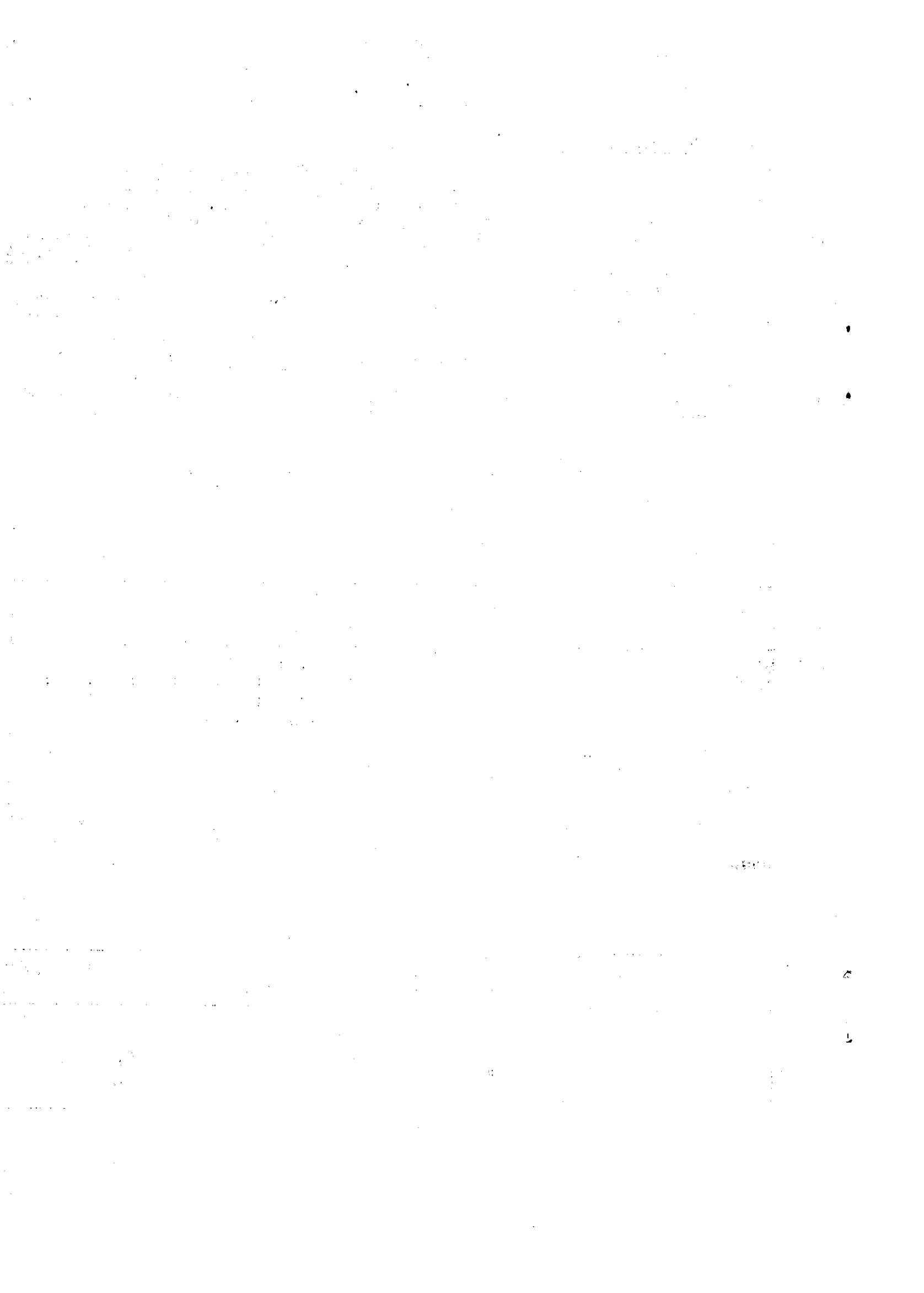
Tabel 1.

aard van het materiaal	aant. onderzochte monsters	gevonden gehalte aan B in mg/kg droge stof
bieten	2	13,5; 14,0
bietenloof	10	28; 29; 29; 32; 33; 33; 50; 50; 53; 54
gras	3	6,8; 8,5; 9,5
witte klaver	1	42
spinazie zonder B-bemesting	1	39
spinazie met B-bemesting	1	62

Er werd ook nagegaan in hoeverre de analyseresultaten overeenkwamen, wanneer van verschillende hoeveelheden materiaal werd uitgegaan en wanneer vóór de verassing een bekende hoeveelheid borium werd toegevoegd (zie tabel 2 en 3).

Tabel 2.

No. van het monster	aard van het materiaal	geanalyseerde hoeveelheid (g)	gevonden borium mg/kg
1	bietenloof	10	53,0
1	"	5	56,0
2	"	10	50,0
2	"	5	55,0



Tabel 3.

No. van het monster	gem. B-gehalte / per g	toegevoegd B / per g	verwacht B / per g	gevonden B / per g	fout in % van de waarden in kolom 4	
					+	-
1	54,5	40	94,5	94,6	0	
2	52,5	40	92,5	91,6		1
3	32,4	20	52,4	52,8	1	

S 969

100 ex.

