

db

Bibliotheek
Proefstation
Naaldwijk

$\frac{A}{2}$
D
98

DEFSTATION VOOR DE GROENTEN- EN FRUITTEELT ONDER GLAS,
TE NAALDWIJK.

Broombepaling in gewas en grond.

door:

P.A.v.Dijk.

A
2
D
98

21+57
Hambach no.
2455

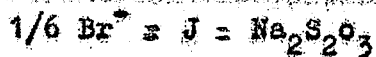
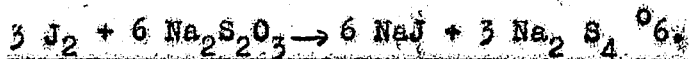
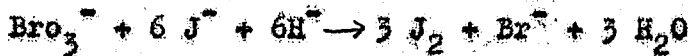
Broombepaling.

Als grondontsmettingsmiddel wordt tegenwoordig veelal methylbromide gebruikt. Na het ontsmetten trad in enkele gevallen schade aan het gewas op. Op verzoek van Dr. Bravenboer is eind 1967 een begin gemaakt met de bepaling van Broom in gewas en grond. Aanvankelijk volgde wij het voorschrift uit Snell en Snell. Het principe van deze bepaling is dat Broom met chloorwater een rode kleur geeft. Deze kleur wordt vergeleken t.o.v. de kleur van een standaard d.m.v. de uitgietsmethode. De resultaten hiervan waren matig vooral omdat er vaak een miekleur ontstond. Daarom wordt nu een jodometrische Broombepaling toegepast die ons uit Israel werd toegezonden (bijlage I). Het principe van deze bepaling is dat Broom met Na-hypochoriet en boorzuur in de warmte geoxydeerd wordt tot een bromaat. Dit bromaat wordt jodometrisch bepaald. (zie bijlage II).

Enige opmerkingen t.a.v. dit voorschrift.

Toevoeging van NaCl aan de waterige oplossing van Br^- (Cl^- en J^-) geeft met $AgNO_3$ een volumineus neerslag. Na centrifugeren en uitwassen wordt het neerslag $AgBr$ ($AgCl - AgJ$) bewerkt met Zn en H_2SO_4 , wordt dus gereduceerd. In oplossing komen nu weer Br^- (Cl^- , J^-). Bovenstaande is als een scheiding op te vatten. Met Na-hypochoriet en H_3BO_3 wordt in de warmte Br^- geoxydeerd tot een bromaat BrO_3^- , Cl^- en J^- niet.

De titratie reactie wordt dan:



$$1 \text{ ml thio } 0.0004 \text{ n } (1 \times 0.0004) \times \frac{80}{6} = 0.0053 \text{ mg Br.}$$

bespreking van de resultaten:

Tot nu toe zijn 4 grondmonsters en 6 gewasmonsters op Broom onderzocht. tabel I en II.

Grond

Lab.nr.	herkomst	datum	merk	dpm Br
BM 17013	K. Koop	30-1-68	met methyl behandelde grond	56.-
17014	K. Koop	"	gestoomde grond	2,5
17111		8-3-'68	met methyl behandelde grond	7,0
17112		"	gestoomde grond	2,3

Tabel I

Gewas.

Lab.nr.	herkomst	datum	gewas	merk	dpm Br.
717		8-3-'68	sla	grond behandeld met methylbromide	107.-
718		"	sla	gestoomde grond	1071.-
722	W. v. Vliet	13-3-'68	radijs	nooit ontsmette grond	17.-
			rota		
723	"	"	radijs blad	"	34.-
			rota		
724	Proeftuin	13-3-'68	radijs	grond ontsmet met saxa methylbromide	1265.-
725	"	"	radijs blad	grond ontsmet met saxa methylbromide	3569.-
			saxa		

Tabel II

Uit de resultaten tabel I blijkt dat het broomgehalte van de grond die behandeld is met methylbromide hoger is dan bij gestoomde grond. Uit de resultaten tabel II is de invloed van grondontsmetting met methylbromide op het broomgehalte in radijs zeer groot te noemen, vooral in het radijsblad is het broomgehalte abnormaal hoog. De monsters 717 en 718 zijn waarschijnlijk bij het monster nemen verwisseld. Anders is het hoog broomgehalte van sla in gestoomde grond niet te verklaren.

Conclusie:

Uit deze enkele abnormaal hoge Broomcijfers blijkt dat het goed zou zijn om meerdere gewassen en grond op Broom te onderzoeken.

Semi - micro analytische methode voor de bepaling
van broom in natuurlijk materiaal.

A. Voorbehandeling:

In de regel, wordt broom bepaald in een waterig extract van het materiaal. Het extract wordt ingedampt tot een volume van 10 ml, overeenkomende met een broomgehalte van 25 - 100 μ .

Voorbeeld 1) grond

50 gram grond, gedroogd bij 80°C, wordt geëxtraheerd door het 10 min. met 170 ml water te koken. Na filtreren door een Buchner trechter wordt het filtraat aangevuld tot 250 ml. Norit toevoegen en het mengsel opnieuw filtreren door een filtreerpapier 75 ml (gelijk aan 15 gram grond) wordt ingedampt tot 5 ml, dit wordt overgebracht in een centrifuge buis van 20 ml, naspoelen met 5 ml gedestilleerd water zodat het totale volume 10 ml bedraagt.

2) gewas.

1-10 gram wordt met 70 ml water van 70-80°C gedurende 60 min. geëxtraheerd. Na aanvullen van 100-250 ml wordt het materiaal gefiltreerd. Een kleine hoeveelheid norit wordt toegevoegd en na opnieuw filtreren, wordt 10 ml (gelijk aan 1 gram materiaal) overgebracht in een centrifuge buis van 20 ml.

3) vruchten

50 gram wordt met 150 ml water van kamertemperatuur gedurende een uur geëxtraheerd. Na aanvullen tot 250 ml, wordt het materiaal gefiltreerd. Een kleine hoeveelheid norit wordt toegevoegd en na opnieuw filtreren wordt 10 ml (gelijk aan 2 gram materiaal) overgebracht in een centrifugebuis van 20 ml.

In speciale gevallen, waar we rekening moeten houden met extreem lage broom-gehalten, wordt een grotere hoeveelheid filtraat genomen en ingedampt tot 5 ml, dit wordt met 5 ml waswater overgebracht in een centrifugebuis.

Opmerking:

In gevallen waar geen filterbaar waterig extract wordt verkregen (zoals bananen en sinaasappelschillen wordt het materiaal ingedampt tot droog met 10% Na₂CO₃ (1 gram Na₂CO₃ voor 5 gram materiaal) en verhit tot een temperatuur van 550°C. Het waterige extract van het verbrande materiaal wordt onderzocht op broom.

B. De analyse.

vervolg bijlage I

Reagentia: HNO_3 35%
 AgNO_3 30%
 HCl 2 n
zink, gegraneleerd
Natriumhypochloriet + 0,3 n
 H_3BO_3 4%
mierzuur 25% $\text{HC} \begin{smallmatrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{OH} \end{smallmatrix}$
KJ 5%, vers bereid
stijfseloplossing 0,25% vers bereid
 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,0004 n, vers bereid uit 0,1 n $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
 NaCl 10% (niet meer dan 0,0002% Br bevattend)
 H_2SO_4 2 n

Uitvoering:

Aan 10 ml oplossing in een centrifugebuis van 20 ml (zie voorbehandeling) 1 ml NaCl , 10%, 1,5 ml AgNO_3 , 30% en 0,5 ml HNO_3 , 35% toevoegen. Na intensief schudden het mengsel in het donker zetten tot de bovenstaande vloeistof helder is. Scheid het zilverkalogeen neerslag af door 2 min. te centrifugeren (2000 - 3000 toeren / min) en schenk de vloeistof af. Herhaal het centrifugeren 5 of 6 keer, elke keer het neerslag met 4 of 5 ml gedestilleerd water mengen en roeren met een glasstaaf. Als het salpeterzuur op deze manier verwijderd is, vermeng het neerslag dan met 0,18 g zink (chemisch zuiver) en 1 ml 2 n H_2SO_4 .

Na 2 uur het gevormde zilver scheiden door centrifugeren. Spoel de bovenstaande vloeistof met ongeveer 5 potties waswater (gebruik hiervoor 1 ml gedestilleerd water en centrifugeer) over in een erlenmeyer van 100 ml. Voeg 5 ml 4% H_3BO_3 en 25 ml Natriumhypochloriet (+ 0,3N). Zet het monster 15 min op een zandbad van 80-90°C voeg 0,5 ml 25% mierzuur toe en koel af tot kamertemperatuur. Voeg 2 ml KJ 5%, 4 ml 2 n HCl en 0,5 ml stijfseloplossing toe. Titreer na 3 min. met 0,0004 n $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Voer een blanco bepaling uit.

1 ml 0,0004 n $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ = 0,005328 mg Br.

Broombepaling.Reagentia:

salpeterzuur, HNO_3 ; 35%; p.a.
silvernitraat; AgNO_3 ; 30%.
zoutzuur, HCl ; 2 n.
zink; gegraneleerd.
natriumhypochloriet; \pm 0,3 n.
boorzuur, H_3Bo_3 ; 4%.
mierzuur, HCOOH ; 25%; p.a.
kaliumjodide, KJ ; 5% vers bereid.
stijfseloplossing; 0,25% vers bereid.
natriumthiosulfaat; $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; 0,0004 n;
 vers bereiden van 0,1 n $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$.
keukenzout, NaCl ; 10%.
zwavelzuur, H_2SO_4 ; 2 n

Voorhandeling:Grond:

50 g grond, gedroogd bij 80°C , 10 min met 170 ml gedem. water koken. Filtreren door een Buchner trechter. Filtraat aanvullen tot 250 ml en daarna ontkleuren met norit en filtreren. Van dit extract 75 ml (gelijk aan 15 g grond) indampen tot 5 ml. Deze 5 ml overbrengen in een centrifugebuis van 20 ml met gedem. water. Volume brengen op 10 ml.

Gewas:

10 g met 70 ml water van $70-80^\circ\text{C}$ gedurende 60 min extraheren. Aanvullen tot 100 ml. Filtreren, ontkleuren met norit en opnieuw filtreren. 10 ml (gelijk aan 1 g materiaal) overbrengen in een centrifugebuis van 20 ml.

Uitvoering van de centrifuge:

Aan de 10 ml oplossing in de centrifugebuizen resp. toevoegen 1 ml NaCl 10%, 1,5 ml AgNO_3 30% en 0,5 ml HNO_3 35%. Het mengsel intensief schudden en in het donker weg zetten tot de bovenstaande vloeistof helder is. Het zilver halogeen neerslag afscheiden door 2 min te centrifugeren bij 2000-3000 toeren per minuut. Vloeistof afschenken.

Het centrifugeren 5 of 6 maal herhalen. Telkens het neerslag met 5 ml gedem. water goed met een roerstaaf mengen. Vervolgens aan het neerslag 0,18 g zink en 1 ml 2 n H_2SO_4 toevoegen. Na 2 uur het gevormde zilver scheiden door centrifugeren. Spoel de bovenstaande vloeistof met 5 porties waswater (1 ml gedem. water toevoegen centrifugeren en afschenken) over in een erlenmeyer van 100 ml. Toevoegen 5 ml 4% boorzuur en 25 ml natrium-hypochloriet 0,3 n. Zet het monster 15 min. op een zandbak van 80-90°C, voeg 0,5 ml mierzuur 25% toe en koel af tot kamertemperatuur. Daarna 2 ml KJ 5%, 4 ml 2 n HCl en 0,5 ml stijfseloplossing toevoegen. Na 3 min. titreren met 0,0004 n $Na_2S_2O_3$. Een blanco meenemen.

Berekening van de uitkomsten.

$$(\text{ml getitreerd} - \text{blanco}) \times \text{titer} \times \frac{80}{6} \times \frac{1000}{X} = \text{dpm Br.}$$

X = g uitwerking.