

Een kolorimetrische bepaling van totaal zwavel in plantaardig materiaal

Mej. MARIA S. M. BOSMAN

(Instituut voor Biologisch en Scheikundig Onderzoek van Landbouwgewassen te Wageningen)

Het te onderzoeken materiaal wordt gedestruëerd met salpeterzuur en perchloorzuur. Na verwijdering van het fosfaat wordt het sulfaat in zuur milieu met een bekende hoeveelheid bariumchloride neergeslagen. Daarna wordt een met het bariumchloride equivalente hoeveelheid ammoniumchromaat toegevoegd en alkalisch gemaakt. De overmaat bariumchloride slaat neer als bariumchromaat. Na centrifugeren bepaalt men de overmaat ammoniumchromaat spectrofotometrisch. Uit de gevonden optische dichtheid berekent men het zwavelgehalte.

Deze kolorimetrische methode is zeer geschikt voor seriewerk en geeft goede overeenstemming met de klassieke gravimetrische methode, waarbij de zwavel wordt gewogen als bariumsulfaat.

543.43 : 546.22 : 543.8

1. Inleiding.

Voor de bepaling van totaal zwavel als sulfaat is het een eerste vereiste ervoor te zorgen dat alle S van het materiaal wordt omgezet in SO_4 . Hiervoor is een sterk oxiderende destructie noodzakelijk, waarvoor de verassing met magnesiumnitraat kan worden aanbevolen¹. Deze as kan men gebruiken voor de gravimetrische methode, waarbij de zwavel wordt gewogen als bariumsulfaat, een werkwijze, die in vele laboratoria nog wordt toegepast. De bepaling langs de gravimetrische weg is echter zeer tijdrovend en kost veel materiaal. De hierna te beschrijven kolorimetrische methode is veel minder bewerkelijk en vraagt een betrekkelijk kleine hoeveelheid van het monster.

2. De destructie.

Daar de oplosbaarheid van bariumchromaat bij aanwezigheid van verschillende zouten duidelijk toeneemt², is het gewenst bij de kolorimetrische bepaling de concentratie van de anionen en kationen zo laag mogelijk te houden. Een droge verassing met magnesiumnitraat kan daarom niet worden toegepast. Zelfs met $\frac{1}{5}$ deel van de in de A.O.A.C.¹ genoemde hoeveelheid magnesiumnitraat kregen wij nog moei-

lijkheden. Zeer geschikt bleek de destructie met salpeterzuur en perchloorzuur volgens *Mikkelsen* e.a.³.

Op een kookplaat destrueert men de stof in een bekerglaasje eerst met salpeterzuur totdat de oplossing strogeel is. Daarna wordt verdund salpeterzuur toegevoegd en dan pas het perchloorzuur. Men mag nooit het perchloorzuur direct met het plantemateriaal in aanraking brengen in verband met het gevaar voor explosie. Men verwarmt met een horlogeglas op het bekerglas. Pas als de heftige reactie afgelopen is neemt men dit horlogeglas weg en dampt in tot droog. Dit in tegenstelling tot *Mikkelsen*³, die ook hier voor explosiegevaar waarschuwt. Daarna wordt het perchloorzuur volledig verwijderd door afdampen met zoutzuur. Uitgaande van 500 mg materiaal (gedroogd gras e.d.) werden in de afgelopen 5 jaren bij ons gewasonderzoek ongeveer 3000 monsters gedestruëerd zonder dat ooit een explosie optrad.

Bij de kolorimetrische bepaling storen fosfaationen, waardoor in alkalisch milieu het barium als fosfaat neerslaat. De fosfaat-ionen worden verwijderd door de as-oplossing in alkalisch milieu met calciumchloride te behandelen. Dit calciumchloride wordt reeds vóór de destructie toegevoegd, om er tevens voor te zorgen dat voldoende kationen aanwezig zijn om het sulfaat-ion te binden.

