

cb

Bibliotheek  
Proefstation  
Naaldwijk

$\frac{A}{2}$   
K  
76

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

Verslag onderzoek methodiek mangaanbepaling in gewasmonsters.

door:

P. Koornneef.

Naaldwijk, 1959.

2217112

A  
—  
2  
K  
7b

2515 + 2516  
Stamboekno 499.  
8 OCT 28

Proefstation voor de Groenten-en Fruitteelt onder Glas te Naalwijk.

Stamboekno 499.  
Proefstation voor de Groenten-  
en Fruitteelt onder Glas te Naalwijk.

Onderzoek methodiek mangaanbepaling in gewasmonsters.

Doel van dit onderzoek was een bruikbare mangaanbepaling in gewasmonsters te verkrijgen.

Ontsluiting:

Als ontsluitingsmethodiek is destructie met perchloorzuur en salpeterzuur toegepast (zie ook het verslag: ontsluiting van gewasmonsters d.m.v. natte destructie). Een bepaalde hoeveelheid destruaat werd in porceleinen schaaltes op het waterbad ingedampt. Aan het residu werd 15 ml 2 n zwavelzuur toegevoegd en vervolgens werd quantitatief afgefiltreerd in een erlenmeyer, waarbij het filter werd uitgewassen tot sulfaat vrij. Indien te veel vloeistof was verkregen, werd dit door koken teruggebracht tot het gewenste volume (c.a. 30 ml).

Bepalingsmethodieken:

Toegepast zijn drie methoden, zowel bij de monsters als bij mangaansulfaatoplossingen van verschillende, doch bekende concentraties. De hoofdoplossing van mangaansulfaat bevatte 50  $\gamma$  MnO per ml. In erlenmeyers van 100 ml. werden achtereenvolgens van deze oplossing afgepipeteerd: 0.0-0.5 - 1.0 - 1.5 - 2.0 - 3.0 - 4.0 - 5.0 - 6.0 ml. Aan deze standaarden werd 15 ml. 2 n zwavelzuur toegevoegd en het volume vervolgens op c.a. 30 ml. gebracht. Ook werd een druppel geconcentreerd fosforzuur ( $H_3PO_4$ ) toegevoegd.

De standaarden werden in 3-voud gemaakt, evenals de filtraten van de monsters (zie boven), waaraan een druppel geconcentreerd fosforzuur werd toegevoegd, zodat 3 series werden verkregen.

- Op elke serie werd één van de hieronder beschreven methoden toegepast:
- a. toegevoegd 0.5 ml. 0.1 n zilvernitraat, tot koken verhit, 0.5 g  $KJO_4$  toegevoegd, 5 min. gekookt, afgekoeld en overgespoeld in een maatkolf van 50 ml. met uitgekookt, gedemineraliseerd water.
  - b. toegevoegd 0.5 ml. 0.1 n zilvernitraat, verhit tot c.a.  $80^{\circ}C$ , 0.5 g kaliumpersulfaat ( $K_2S_2O_8$ ) toegevoegd, 1 min. gekookt, afgekoeld en overgespoeld in een maatkolf met uitgekookt, gedemineraliseerd water.
  - c. tot koken verhit; 0.5 g  $KJO_4$  toegevoegd, 5 min. gekookt, afgekoeld en verder als bij a en b.

De 3 series werden na 15 min. doorgemeten met de Kipp colorimeter. Eventueel troebele monsters werden na aanvullen afgefiltreerd over glaswol.

#### Absorptiekromme.

Bij het doormeten van een mangaansulfaatoplossing, die 30 gamma MnO per ml. bevatte, bleek bij de Kipp colorimeter filter 53 het beste te zijn. (50 en 55 waren reeds belangrijk minder).

#### IJkcurve.

Met mangaanoplossingen van verschillende concentraties is, na doormeten bij filter 53, een rechte curve verkregen. Voor de bereiding van deze mangaan oplossingen is zowel van kalium permanganaat gebruikgemaakt, als van mangaansulfaat. Bij gebruik van laatst genoemd zout zijn de drie bovenomschreven methoden toegepast voor oxydatie (bijlage 1).

#### Opmerking:

Bij 18 gewasmonsters is naast destructie met salpeterzuur en perchloorzuur ook verhitting in de moffel bij  $480^{\circ}\text{C}$  toegepast als ontsluiting. Dit leverde echter onvergelykbare resultaten op (verassing gaf zeer lage gehalten).

#### Voorlopige conclusies:

De indruk is verkregen, zowel bij de standaarden (zie bijlage 1) als bij de onderzochte gewasmonsters, (waarbij tussen de drie methoden een grote variatie werd gevonden,) dat oxydatie met kaliumpersulfaat beter lijkt, dan de andere beschreven methoden. Het verdient aanbeveling, het onderzoek voort te zetten, b.v. door na te gaan, of hoeveelheden mangaan sulfaat, toegevoegd aan gewasmonsters, teruggevonden worden.

augustus 1959.

AvB

De Proefnemer,

P. Koornneef.

februari 1959.

Extinctiewaarden van de mangaansulfaat en kaliumpermanganaat oplossingen.

$\lambda$ MnO	MnSO <sub>4</sub>			KMnO <sub>4</sub>
	methode a	methode b	methode c	
0	0.000	0.000	0.000	0.000
25	0.012	0.022	0.012	0.019
50	0.037	0.033	0.025	0.036
75	0.055	0.053	0.057	0.053
100	0.061	0.066	0.074	0.070
150	0.098	0.104	0.112	0.103
200	0.132	0.140	0.150	0.137
250	0.180	0.177	0.192	0.170
300	0.219	0.214	0.233	0.207