

A  
1/2  
B  
50

2515 + 2618

Hamboek nr. 8352

PROEFSTATION VOOR DE GROENTEN- EN FRUITTEELT ONDER GLAS, NAALDWIJK

Voorlopige Voorschriften voor de bepaling van Spoorelementen in  
Voedingsoplossingen.

door : S.S. de Bes  
P.A. van Dijk

Naaldwijk, november 1976

2271878

Inhoud

Opmerkingen vooraf  
Voorbehandeling glaswerk e.d.  
Filtratie  
B-bepaling  
Fe-bepaling, I en II  
Mn-bepaling I en II  
Zn-bepaling I  
Cu-bepaling III  
Kombistandaarden

Opmerkingen vooraf :

In dit overzicht zijn een aantal werkvoorschriften opgenomen, volgens welke zogenaamde spoorelementen in voedingsoplossingen, voor ondermeer de steenwolteelten, bepaald kunnen. Het geheel draagt een voorlopig karakter omdat :

- 1) nog niet alle onderzoek is afgesloten, met name de voorbereiding en filtratie zoals deze hierin is beschreven staan nog ter discussie.
- 2) de voorschriften voor de vlamloze atoomabsorptietechniek nog niet geheel vast staat.
- 3) het onderzoek ter invoering van een Mo-bepaling nog moet worden aangevangen.
- 4) het gehele pakket nog aanpassing nodig zou hebben wanneer louter op routinebasis, dus minder verfijnd moet worden bepaald.
- 5) er thans nog gewerkt wordt aan enige finesses welke te zijner tijd in een rapport, inzake het hoe en waarom van de methoden zullen verschijnen.

Hier tegenover staat dat de hierin beschreven methodieken gebaseerd zijn op de ervaring gedurende 1 jaar opgedaan of te wel op de resultaten van ruim 300 onderzochte monsters.

Researchlab, Proefstation, Naaldwijk

november 1976

S.S. de Bes

Voorbehandeling - glaswerk e.d.

Reagentia :

Extran MA 01 ; 5 %

1 deel Extran MA 01 (Merck;7555) mengen met 20 delen ged.water.

HNO<sub>3</sub> ; 4 N

300 ml HNO<sub>3</sub> 65 % aanvullen tot 1 liter met ged.water.

Uitvoering :

Nieuw glaswerk minimaal 24 uur en nieuwe polyethyleen flessen minimaal 48 uur onderdompelen in een bad met Extran 5 %.

Bij herhaalde behandeling minimaal 1 nacht onderdompelen in een bad met Extran 5 %.

Bij sterk vervuilde voorwerpen eerst voorspoelen met leidingwater.

Na de behandeling in het bad, direkt spoelen met leidingwater,

Vervolgens grondig voorspoelen (eventueel enige tijd wegzetten) met HNO<sub>3</sub> 4 N en zeer goed naspoelen met ged.water.

De Extran-behandeling van glaswerk behoeft niet voor elk gebruik te worden herhaald, maar kan afhankelijk van de aard der gebruikte oplosmiddelen etc. ééns per drie à vier weken worden herhaald.

De Extran-behandeling van polyethyleen flessen wordt na elk gebruik herhaald.

Het is echter wel aan te bevelen de HNO<sub>3</sub>-behandeling van maatglaswerk voor elk gebruik te herhalen. In ieder geval bij de Cu-bepaling en de B-bepaling.

N.B. De pyrexbuizen bij de B-bepaling niet met HNO<sub>3</sub> behandelen.

Filtratie (opgeloste metalen,  $< 0.45 \text{ } \mu\text{m}$ ).

Apparatuur :

Filtratieapparaat; Selectron GV 050/1  
voor-filters ; Selectron GF 92  $\varnothing$  40 mm.  
membraanfilters ; Selectron BA 085 0.45  $\mu\text{m}$   $\varnothing$  50 mm.  
afzuigpot ; waarop filtratieapparaat kan worden aangesloten en waarin  
polyethyleenflessen van 500 ml kunnen worden geplaatst.  
filtreerpapier ; Whatman 540

Uitvoering :

Plaats een schone polyethyleenfles van 500 ml in de afzuigpot op zodanige wijze dat de uitloop van het onderstuk van het filtratieapparaat juist in de mond van de fles uitkomt. Plaats de uitlooptrechter met behulp van een doorboorde rubberen stop op het deksel van de afzuigpot. Plaats de teflonring, met daarin de groene zeefplaat op de uitlooptrechter. Leg hierop met behulp van een pincet een membraanfilter (voorzichtig voor doorprikken!). Klem nu de cylinder hierop met behulp van groene metalen klem. Leg tenslotte een voorfilter in de cylinder en druk dit voorzichtig tegen het membraanfilter aan, LET OP! MEMBRAANFILTER NIET LEK STOTEN!. Breng nu de te filtreren vloeistof in de cylinder en leg onderdruk aan. Wanneer het gehele monster is doorgezogen, de onderdruk opheffen, het filtratieapparaat demonteren en schoonmaken met behulp van ged.water. Alvorens opnieuw te gebruiken goed drogen met schoon filtreerpapier (Whatman 540). Het filtraat aanzuren met 1 ml  $\text{HNO}_3$  65 % p.a. per 500 ml filtraat. Bij sterk verontreinigde monsters kan de filtratietijd sterk worden bekort door tussentijds een nieuw membraanfilter te gebruiken.

B-bepaling (spektrofotometrisch)Apparatuur :

reageerbuizen; Pyrex; 40 ml.  
spektrofotometer; Zeiss PMQ II

Reagentia :maskeringsbuffer ;

Los 250 gram ammoniumacetaat p.a. ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) op in 400 ml ged.water.  
 Voeg toe 125 ml azijnzuur 99 % p.a. ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ). Los hierin op 6.7  
 gram ethyleen diaminetetra azijnzuur dinatriumzout p.a. ( $\text{EDTA-Na}_2$ ) en  
 6 ml thioglykolzuur 80 % p.a. ( $\text{HSCH}_2\text{COOH}$ ).

azomethine-H-reagens ;

Los 0.9 gram azomethine-H en 2 gram ascorbinezuur p.a. ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ )  
 onder zacht verwarmen op tot 100 ml in ged.water. Filtreer over  
 Whatman 540 en bewaar in de koelkast. Beperkt houdbaar!

hoofdstandaardoplossing ; 1000 ppm B

200.0 ml Titrisol nr. 9923 (Merck) aanvullen tot 1.0 liter met  
 ged.water.

tussenstandaardoplossing : 5 ppm B

5.0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 1.0 liter met ged.  
 water.

standaardoplossingen ; 0.2 ppm B

0 ppm B -	0 ml	tussenstandaardoplossing aanvullen tot 100,0 ml met ged.water en 0.2 ml $\text{HNO}_3$ 65 % p.a. toevoegen.
0.25 ppm B -	5.0 ml	idem
0.50 ppm B -	10.0 ml	idem
1.00 ppm B -	20.0 ml	idem
1.50 ppm B -	30.0 ml	idem
2.00 ppm B -	40.0 ml	idem

Voor reeksbereiding zie ook voorschrift "Kombistandaarden".

Zo kort mogelijk voor het gebruik bereiden!

Uitvoering :

Pipeteer 4 ml van monsters en standaarden in reageerbuizen van 40 ml. Voeg toe 1 ml maskeringsbuffer. Mengen! Voeg toe 1 ml azomethine-H-reagens. Mengen! Na 2 uur de extinktie meten met behulp van spektrofotometer in een 1 cm kuvet bij golflengte 410 nm ten opzichte van 0 ppm B.

Extinktie A.

Pipeteer tevens 4 ml van monsters in reageerbuizen van 40 ml. Voeg toe 1 ml maskeringsbuffer. Mengen! Voeg toe 1 ml ged.water. Mengen! Na 2 uur de extinktie meten met behulp van spektrofotometer in een 1 cm kuvet bij golflengte 410 nm ten opzichte van ged.water.

Extinktie B.

Berekening :

De via de ijkcurve verkregen resultaten staan in mg B per liter, zodat :

aflezing van de (extinktief A - extinktief B) = mg B per liter oplossing.

De gemiddelde resultaten als volgt opgeven :

0 - 0.05	mg B per liter ; opgeven als	< 0.05 ppm B
0.05 - 2.00	mg B per liter ; opgeven in	0.01 ppm B nauwkeurig.
2.0 - 5.0	mg B per liter ; opgeven in	0.05 ppm B nauwkeurig.
> 5.0	mg B per liter ; opgeven in	0.1 ppm B nauwkeurig.

Fe-bepaling I

(AA-vlam ; &gt; 2.0 ppm Fe)

Apparatuur :atoomabsorptie spektrofotometer ; Varian Techtron M 1280Reagentia :ijzerhoofdstandaardoplossing, 1000 ppm Fe

Vul de inhoud van 1 ampul Titrisol nr. 9972 (Merck) aan tot 1.0 liter met ged.water.

ijzertussenstandaardoplossing, 20 ppm Fe

5.0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 250.0 ml met ged.water.

standaardoplossingen ; 0 - 10 ppm Fe.

0 ppm Fe - 0 ml tussenstandaardoplossing aanvullen tot 100.0 ml met ged.water en 0.2 ml HNO<sub>3</sub> 65 % p.a. toevoegen.

1 ppm Fe -	5.0 ml	idem
2 ppm Fe -	10.0 ml	idem
4 ppm Fe -	20.0 ml	idem
6 ppm Fe -	30.0 ml	idem
8 ppm Fe -	40.0 ml	idem
10 ppm Fe -	50.0 ml	idem

Uitvoering :

In de gefiltreerde en aangezuurde oplossingen direkt Fe bepalen met behulp van atoomabsorptie-spektrofotometer (gehalten < 2 ppm Fe volgens het voorschrift "Fe-bepaling II" analyseren).

Instelling van de Varian Techtron M 1280 AA-meter :

(volgens algemeen bedieningsvoorschrift)

0.04	lampvoeding	:	5.0 mA
0.05	spleetbreedte	:	0.2 nm
0.06	golflengte	:	248.3 nm
0.07	branderhoogte	:	3½
1.1	brander	:	Varian Techtron 02-100036-00 (blauw)
1.3	gasmengsel	:	AIR/ACET
1.4	"FUEL" ; 2.2	:	"OXIDANT" : 4.4

2.2 optimalisering : verstuij standaard 10.0 ppm Fe  
(absorbance ca. 0.700)

2.4 extinktief standaardreeks nadat 0 ppm Fe op  
absorbance 0.000 ( $\pm$  0.005) is gebracht met knop "ZERO".

reeks 1-10 ppm Fe	Extinktie :
1 ppm Fe	ca. 0.090
2 ppm Fe	ca. 0.170
4 ppm Fe	ca. 0.330
6 ppm Fe	ca. 0.470
8 ppm Fe	ca. 0.600
10 ppm Fe	ca. 0.710

3.0 integratietijd : 3 seconden

Eventuele extra verdunningen uitvoeren met  $\text{HNO}_3$  0.01 N als verdunningsvloeistof. Wanneer voor de extinktief van de monsters lager dan ca. 0.170 absorbance gevonden wordt is het beter om volgens het voorschrift "Fe-bepaling II" te analyseren.

Berekening :

De via de ijkcurve verkregen resultaten staan direkt in mg Fe per liter, zodat :

aflezing van de extinktief = mg Fe per liter oplossing

De gemiddelde resultaten als volgt opgeven :

0.05 - 2.00 mg Fe per liter, opgeven in 0.01 ppm Fe nauwkeurig

2.00 -10.00 mg Fe per liter, opgeven in 0.05 ppm Fe nauwkeurig

> 10.0 mg Fe per liter, opgeven in 0.1 ppm Fe nauwkeurig

Fe-bepaling II

(AA-vlam ; 0.05 - 2.0 ppm Fe; schaal-expansie)

Apparatuur :atoomabsorptiespektrofotometer; Varian Techtron M 1280.Reagentia :ijzerhoofdstandaardoplossing, 1000 ppm Fe

Vul de inhoud van 1 ampul Titrisol nr. 9972 (Merck) aan tot 1.0 liter met ged.water.

ijzertussenstandaardoplossing, 5 ppm Fe

5.0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 1.0 liter met ged.water.

standaardoplossingen; 0-2 ppm Fe0 ppm Fe - 0 ml tussenstandaardoplossing aanvullen tot 100.0 ml met ged.water en 0.2 ml HNO<sub>3</sub> 65 % p.a. toevoegen.

0.25 ppm Fe -	5.0 ml	idem
0.50 ppm Fe -	10.0 ml	idem
1.00 ppm Fe -	20.0 ml	idem
1.50 ppm Fe -	30.0 ml	idem
2.00 ppm Fe -	40.0 ml	idem

Voor reeksbereiding zie ook voorschrift "Kombistandaarden".

Zo kort mogelijk voor het gebruik bereiden!

Uitvoering :

In de gefiltreerde en aangezuurde oplossingen direkt Fe bepalen met behulp van een atoomabsorptiespektrofotometer. Instelling van de Varian Techtron M 1280 AA-meter. (volgens algemeen bedieningsvoorschrift).

0.04 lampvoeding ; 5.0 mA

0.05 spleetbreedte ; 0.2 mm

0.06 golflengte : 248.3 nm

0.07 branderhoogte : 3½ mm

1.1 brander : Varian Techtron 02-100036-00 (blauw)

1.3 gasmengsel : AIR/ACET

1.4 "FUEL" : 2.2 "OXIDANT" : 4.4

2.2 optimalisering : verstuij standaard 2.0 ppm Fe (absorbance ca. 0.160)

## 2.4 Druk knop "CONC" in.

Breng de extinktie van standaardoplossing 2.0 ppm Fe op ca. 0.750 absorbance met knop "LOW" en 0 ppm Fe. op 0.000 absorbance met knop "ZERO".

reeks 0 - 2.0 ppm Fe :	Extinktie :
0.25 ppm Fe	ca. 0.090
0.50 ppm Fe	ca. 0.190
1.00 ppm Fe	ca. 0.380
1.50 ppm Fe	ca. 0.570
2.00 ppm Fe	ca. 0.750

3.0 integratietijd : 3 seconden.

Wanneer voor de extinktief van de monsters hoger dan ca. 0.750 absorbance gevonden wordt, kan er worden verdund met  $\text{HNO}_3$  0.01 N. Het is echter beter om volgens het voorschrift "Fe-bepaling I" te analyseren.

Berekening :

De via de ijkkurve verkregen resultaten staan direkt in mg Fe per liter, zodat :

aflezing van de extinktief = mg Fe per liter oplossing

De gemiddelde resultaten als volgt opgeven :

- 0 - 0.05 mg Fe per liter, opgeven als  $< 0.05$  ppm Fe
- 0.05 - 2.00 mg Fe per liter, opgeven in 0.01 ppm Fe nauwkeurig
- 2.00 - 10.00 mg Fe per liter, opgeven in 0.05 ppm Fe nauwkeurig

Mn-bepaling I

(AA-vlam ; &gt; 1.0 ppm Mn)

Apparatuur :atoomabsorptiespektrofotometer ; Varian Techtron M 1280Reagentia :mangaanhoofdstandaardoplossing, 1000 ppm Mn

Vul de inhoud van 1 ampul Titrisol nr. 9988 (Merck) aan tot  
1.0 liter met ged.water.

mangaantussenstandaardoplossing, 20 ppm Mn

5.0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 250.0 ml met  
ged.water.

standaardoplossingen, 0 - 4 ppm Mn

0 ppm Mn - 0 ml tussenstandaardoplossing aanvullen tot 100.0 ml  
met ged.water en 0.2 ml HNO<sub>3</sub> 65 % p.a. toevoegen.

1 ppm Mn - 5.0 ml idem

2 ppm Mn - 10.0 ml idem

3 ppm Mn - 15.0 ml idem

4 ppm Mn - 20.0 ml idem

Uitvoering :

In de gefiltreerde en aangezuurde oplossingen direkt Mn bepalen met  
behulp van atoomabsorptiespektrofotometer (gehalten < 2 ppm Mn volgens  
het voorschrift "Mn-bepaling II" analyseren).

Instelling van de Varian Techtron M 1280 AA-meter (volgens algemeen  
bedieningsvoorschrift) :

0.04 lampvoeding : 5.0 mA

0.05 spleetbreedte : 0.2 nm

0.06 golflengte : 279.4 nm

0.07 branderhoogte : 3

1.1 brander : Varian Techtron 02-100036-00 (blauw)

1.3 gasmengsel : AIR/ACET

1.4 "FUEL" : 2.2 "OXIDANT" : 4.4

2.2 optimalisering : verstuif standaard 4.0 ppm Mn  
(absorbance ca. 0.770)

2.4 extinktief standaardreeks nadat 0 ppm Mn op absorbance 0.000 ( $\pm$  0.005)  
is gebracht met knop "ZERO".

reeks 1 - 4 ppm Mn :	Extinktie :
1 ppm Mn	ca. 0.200
2 ppm Mn	ca. 0.390
3 ppm Mn	ca. 0.580
4 ppm Mn	ca. 0.770

3.0 integratietijd : 3 seconden.

Eventuele extra verdunningen uitvoeren met  $\text{HNO}_3$  0.01 N als verdunningsvloeistof. Wanneer voor de extinktief van de monsters lager dan ca. 0.200 absorbance gevonden wordt is het beter om volgens het voorschrift "Mn-bepaling II" te analyseren.

Berekening :

De via de ijkcurve verkregen resultaten staan direct in mg Mn per liter, zodat :  
aflezing van de extinktief = mg Mn per liter oplossing.

De gemiddelde resultaten als volgt opgeven :

0.05 - 4.00 mg Mn per liter, opgeven in 0.01 ppm Mn nauwkeurig  
4.00 - 10.00 mg Mn per liter, opgeven in 0.05 ppm Mn nauwkeurig  
> 10.0 mg Mn per liter, opgeven in 0.1 ppm Mn nauwkeurig

Mn-bepaling II

(AA-vlam; 0.05 - 2.00 ppm Mn; schaalexpansie)

Apparatuur :atoomabsorptiespektrofotometer ; Varian Techtron M 1280Reagentia :mangaanhoofdstandaardoplossing, 1000 ppm Mn

Vul de inhoud van 1 ampul Titrisol nr. 9988 (Merck)  
aan tot 1.0 liter met ged.water.

mangaantussenstandaardoplossing, 5 ppm Mn

5.0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 1.0 liter  
met ged.water.

standaardoplossingen, 0 - 2 ppm Mn

0 ppm Mn - 0 ml tussenstandaardoplossing aanvullen tot  
100.0 ml met ged.water en 0.2 ml HNO<sub>3</sub> 65 % p.a.  
toevoegen.

0.25 ppm Mn -	5.0 ml	idem
0.50 ppm Mn -	10.0 ml	idem
1.00 ppm Mn -	20.0 ml	idem
1.50 ppm Mn -	30.0 ml	idem
2.00 ppm Mn -	40.0 ml	idem

Voor reeksbereiding zie ook voorschrift "Kombistandaarden".

Zo kort mogelijk voor het gebruik bereiden.

Uitvoering :

In de gefiltreerde en aangezuurde oplossingen direkt Mn bepalen met  
behulp van een atoomabsorptiespektrofotometer.

Instelling van de Varian Techtron M 1280 AA-meter :

(volgens algemeen bedieningsvoorschrift)

0.04 lampvoeding : 5.0 mA

0.05 spleetbreedte : 0.2 nm

0.06 golflengte : 279.4 nm

0.07 branderhoogte : 3

1.1 brander : Varian Techtron 02-100036-00 (blauw)

1.3 gasmengsel : AIR/ACET

1.4 "FUEL" : 2.2 "OXIDANT" : 4.4

2.2 optimalisering : verstuij standaard 2.0 ppm Mn

(absorbance ca. 0.390)

## 2.4 Druk knop "CONC" in.

Breng de extinktie van standaardoplossing 2.0 ppm Mn op ca. 0.750 absorbance met knop "LOW" en 0 ppm Mn op 0.000 absorbance met knop "ZERO"

reeks 0 - 2 ppm Mn :	Extinktie :
0.25 ppm Mn	ca. 0.090
0.50 ppm Mn	ca. 0.190
1.00 ppm Mn	ca. 0.380
1.50 ppm Mn	ca. 0.570
2.00 ppm Mn	ca. 0.750

3.0 integratietijd : 3 seconden

Wanneer voor de extinkties van de monsters hoger dan ca. 0.750 absorbance gevonden wordt, kan er worden verdund met  $\text{HNO}_3$  0.01 N. Het is echter beter om volgens het voorschrift "Mn-bepaling I" te analyseren.

Berekening :

De via de ijkkurve verkregen resultaten staan direkt in mg Mn per liter zodat :

aflezing van de extinkties = mg Mn per liter oplossing

De gemiddelde resultaten als volgt opgeven :

- 0 - 0.05 mg Mn per liter, opgeven < 0.05 ppm Mn
- 0.05 - 4.00 mg Mn per liter, opgeven in 0.01 ppm Mn nauwkeurig
- 4.00 - 10.00 mg Mn per liter, opgeven in 0.05 ppm Mn nauwkeurig

Zn-bepaling I

(AA-vlam ; 0.05 - 2.0 ppm Zn)

Apparatuur :

atoomabsorptiespektrofotometer ; Varian Techtron M 1280

Reagentia :

zinkhoofdstandaardoplossing, 1000 ppm Zn

Vul de inhoud van 1 ampul Titrisol nr. 9953 (Merck) aan tot 1.0 liter met ged.water.

zinktussenstandaardoplossing, 5 ppm Zn

5.0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 1.0 liter met ged.water.

standaardoplossingen, 0 - 2 ppm Zn

0 ppm Zn - 0 ml tussenstandaardoplossing aanvullen tot 100.0 ml met ged.water en 0.2 ml HNO<sub>3</sub> 65 % p.a. toevoegen.

0.25 ppm Zn - 5.0 ml idem

0.50 ppm Zn - 10.0 ml idem

1.00 ppm Zn - 20.0 ml idem

1.50 ppm Zn - 30.0 ml idem

2.00 ppm Zn - 40.0 ml idem

Voor reeksbereiding zie ook voorschrift "Kombistandaarden".

Zo kort mogelijk voor het gebruik bereiden.

Uitvoering :

In de gefiltreerde en aangezuurde oplossingen direkt Zn bepalen met behulp van een atoomabsorptiespektrofotometer.

Instelling van de Varian Techtron M 1280 AA-meter.

(volgens algemeen bedieningsvoorschrift).

0.04 lampvoeding : 5.0 mA

0.05 spleetbreedte : 0.5 nm

0.06 golflengte : 213.9 nm

0.07 branderhoogte : 3

1.1 brander : Varian Techtron 02-100036-00 (blauw)

1.3 gasmengsel : AIR/ACET

1.4 "FUEL" : 2.4 "OXIDANT" : 4.4

2.2 optimalisering : vlamkondities en branderhoogte zodanig kiezen dat er een minimale vlamabsorptie optreedt. Verstuf standaard 1.5 ppm Zn (absorbance ca. 0.750)

2.4 extinktiefstandaardreeks nadat 0 ppm Zn op absorptie 0.000 ( $\pm 0.005$ ) is gebracht met knop "ZERO".

reeks 0.25 - 2.0 ppm Zn :	Extinktiefstandaard :
0.25 ppm Zn	ca. 0.140
0.50 ppm Zn	ca. 0.270
1.00 ppm Zn	ca. 0.520
1.50 ppm Zn	ca. 0.740
2.00 ppm Zn	ca. 0.930

3.0 integratietijd : 3 seconden

Eventuele extra verdunningen uitvoeren met  $\text{HNO}_3$  0.01 N als verdunningsvloeistof.

#### Berekening :

De via de ijkkurve verkregen resultaten staan direct in mg Zn per liter, zodat

aflezing van de extinktiefstandaard = mg Zn per liter oplossing .

De gemiddelde resultaten als volgt opgeven :

- 0 - 0.05 mg Zn per liter, opgeven als  $< 0.05$  ppm Zn
- 0.05 - 2.00 mg Zn per liter, opgeven in 0.01 ppm Zn nauwkeurig
- 2.00 - 10.00 mg Zn per liter, opgeven in 0.05 ppm Zn nauwkeurig
- $> 10$  mg Zn per liter, opgeven in 0.1 ppm Zn nauwkeurig

Cu-bepaling III

(AA-vlamloos ; 5 - 200 ppb Cu)

Apparatuur :atoomabsorptiespektrofotometer, Varian Techtron AA-5carbon-rod-atomiser, Varian Techtron CRA-63.flesjes, 30 mlmicropipet, Oxford Sampler Micropipetting System

volume 5 ul.

flatbedrecorder, Kipp en Zn., model BD 8Reagentia :koperhoofdstandaardoplossing, 1000 ppm Cu

Vul de inhoud van 1 ampul Titrisol nr. 9987 (Merck)

aan tot 1.0 liter met ged.water.

kopertussenstandaardoplossing A, 5 ppm Cu5.0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 1.0 liter met  
ged.water.kopertussenstandaardoplossing B, 500 ppb Cu25.0 ml tussenstandaardoplossing A aanvullen tot 250.0 ml met  
ged.water.standaardoplossingen, 5 - 200 ppb Cu5 ppb Cu - 5.0 ml tussenstandaardoplossing B aanvullen tot  
500.0 ml met ged.water.10 ppb Cu - 5.0 ml tussenstandaardoplossing B aanvullen tot  
250.0 ml met ged.water25 ppb Cu - 5.0 ml tussenstandaardoplossing B aanvullen tot  
100.0 ml.

50 ppb Cu - 10.0 ml idem

75 ppb Cu - 15.0 ml idem

100 ppb Cu - 20.0 ml idem

125 ppb Cu - 25.0 ml idem

150 ppb Cu - 30.0 ml idem

200 ppb Cu - 40.0 ml idem

Zo kort mogelijk voor het gebruik bereiden!

Uitvoering :

In de gefiltreerde en aangezuurde oplossingen direkt Cu bepalen met behulp van een atoomabsorptiespektrofotometer uitgerust met een vlamloze excitatiebron.

Instelling van de Varian Techtron AA-5 AA-meter voorzien van de Varian Techtron CRA-63 (grafietoven)

(volgens algemeen bedieningsvoorschrift)

- 2) stroomsterkte lamp : 6 mA  
 4) spleetbreedte : 50  $\mu\text{m}$  (0.17 nm)  
 5) spleethoogte : 7 mm  
 6) golflengte : 324.7 nm  
 13) rod  
 17) op flowmeter :  $6\frac{1}{2}$  (ca. 4 liter  $\text{N}_2$  per minuut)  
 18) geen  $\text{H}_2$  gebruiken  
 19) papiersnelheid :  $20 \text{ mm min}^{-1}$ ; inputvoltage 10 mV  
 20) SAT 8V - 3 s.

21) "STEP"

	Dry	Ash	STEP ATOMIZE
voltage ca.	5 V	7 V	7 V
TIME	ca. 45 s	15 s	$2\frac{1}{2}$ s

Eventuele extra verdunningen kunnen worden gemaakt met  $\text{HNO}_3$  0.01 N als verdunningsvloeistof, het verdient echter aanbeveling om monsters  $> 200$  ppb Cu te analyseren volgens het voorschrift "Cu-bepaling II" of "Cu-bepaling I".

Berekening :

De via de ijkcurve verkregen resultaten staan direkt uitgedrukt als  $\mu\text{g Cu}$  per liter, zodat :

aflezing van de extinkties =  $\mu\text{g Cu}$  per liter oplossing.

De gemiddelde resultaten als volgt opgeven :

0 - 5  $\mu\text{g Cu}$  per liter ; opgeven als  $< 5$  ppb Cu

5 - 200  $\mu\text{g Cu}$  per liter ; opgeven in 1 ppb Cu nauwkeurig

200  $\mu\text{g Cu}$  per liter ; opgeven in 10 ppb Cu nauwkeurig.

Kombistandaarden

(B; Fe; Mn en Zn ; 0.05 - 2.0 ppm)

Teneinde het tijdrovende bereiden van standaardreeksen enigzins te vereenvoudigen, kan een gekombineerde standaardreeks worden gemaakt, doordat de te bepalen/te verwachten concentraties in gelijke orde van grootte liggen.

Reagentia :boriumhoofdstandaardoplossing, 1000 ppm B

200.0 ml Titrisol nr. 9921 (Merck) aanvullen tot 1.0 liter met ged.water.

ijzerhoofdstandaardoplossing, 1000 ppm Fe

Vul de inhoud van 1 ampul Titrisol nr. 9972 (Merck) aan tot 1.0 liter met ged.water.

mangaanhoofdstandaardoplossing, 1000 ppm Mn

Vul de inhoud van 1 ampul Titrisol nr. 9988 (Merck) aan tot 1.0 liter met ged.water.

zinkhoofdstandaardoplossing, 1000 ppm Zn

Vul de inhoud van 1 ampul Titrisol nr. 9953 (Merck) aan tot 1.0 liter met ged.water.

kombitussenstandaardoplossing, 5 ppm B, Fe, Mn en Zn.

5.0 ml boriumhoofdstandaardoplossing en

5.0 ml ijzerhoofdstandaardoplossing en

5.0 ml mangaanhoofdstandaardoplossing en

5.0 ml zinkhoofdstandaardoplossing aanvullen tot 1.0 liter met ged.water.

kombistandaarden, 0 - 2.0 ppm B, Fe, Mn en Zn

0 ppm B, Fe, Mn en Zn - 0 ml kombitussenstandaardoplossing  
aanvullen tot 100.0 ml met ged.water  
en 0.2 ml  $\text{HNO}_3$  65 % p.a. toevoegen.

0.25 ppm B, Fe, Mn en Zn - 5.0 ml idem

0.50 ppm B, Fe, Mn en Zn -10.0 ml idem

1.00 ppm B, Fe, Mn en Zn -20.0 ml idem

1.50 ppm B, Fe, Mn en Zn -30.0 ml idem

2.00 ppm B, Fe, Mn en Zn -40.0 ml idem

Afzonderlijke of gedeeltelijke kombireeksbereiding is altijd mogelijk.

Zo kort mogelijk voor het gebruik bereiden!