

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

Direkte konzentratiemetingen bij de ijzerbepaling
d.m.v. atomaire absorptie in gewas.

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

Naaldwijk, september 1975.

Direkte concentratiemetingen bij de ijzerbepaling d.m.v.
atomaire absorptie in gewas.

<u>Inhoud:</u>	<u>pag.</u>
Inleiding.	1
Algemene meetkondities.	1
Koncentratiemetingen (algemeen).	4
Toepassing bij gewasonderzoek:	
salpeter-perchloorzuurdestruaten,	7
salpeter-perchloor-zwavelzuurdestruaten.	8
Samenvatting/Konklusie.	9
Literatuur.	11
Bijlagen (1 en 2).	

Researchlab., Proefstation Naaldwijk
 september 1975.

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

Inleiding:

Voor het semi-routine onderzoek van spoorelementen en andere metalen in gewas, grond en water heeft het researchlab. de beschikking over een atoomabsorptiespektrofotometer van Varian Techtron, model 1280.

Door onder meer de mogelijkheden van geïntegreerde signaaluitlezing en direkte concentratiemeting, is snel en betrouwbaar onderzoek met behulp van dit instrument mogelijk.

De toepasbaarheid van direkte concentratiemetingen in het gewas-onderzoek wordt in dit verslag beschreven voor wat het element ijzer betreft. Getracht zal worden na onderzoek een voorschrift op te stellen, waarin voornamelijk de instelprocedure van de atoomabsorptiespektrofotometer wordt beschreven.

Algemene meetkondities:

De bepaling van ijzer in gewas door middel van A.A. werd in juli 1975 ingevoerd. Hierbij werd een uitgebreid storings- en nauwkeurigheidsonderzoek uitgevoerd hetgeen door De Bes en Van Dijk (1) werd beschreven.

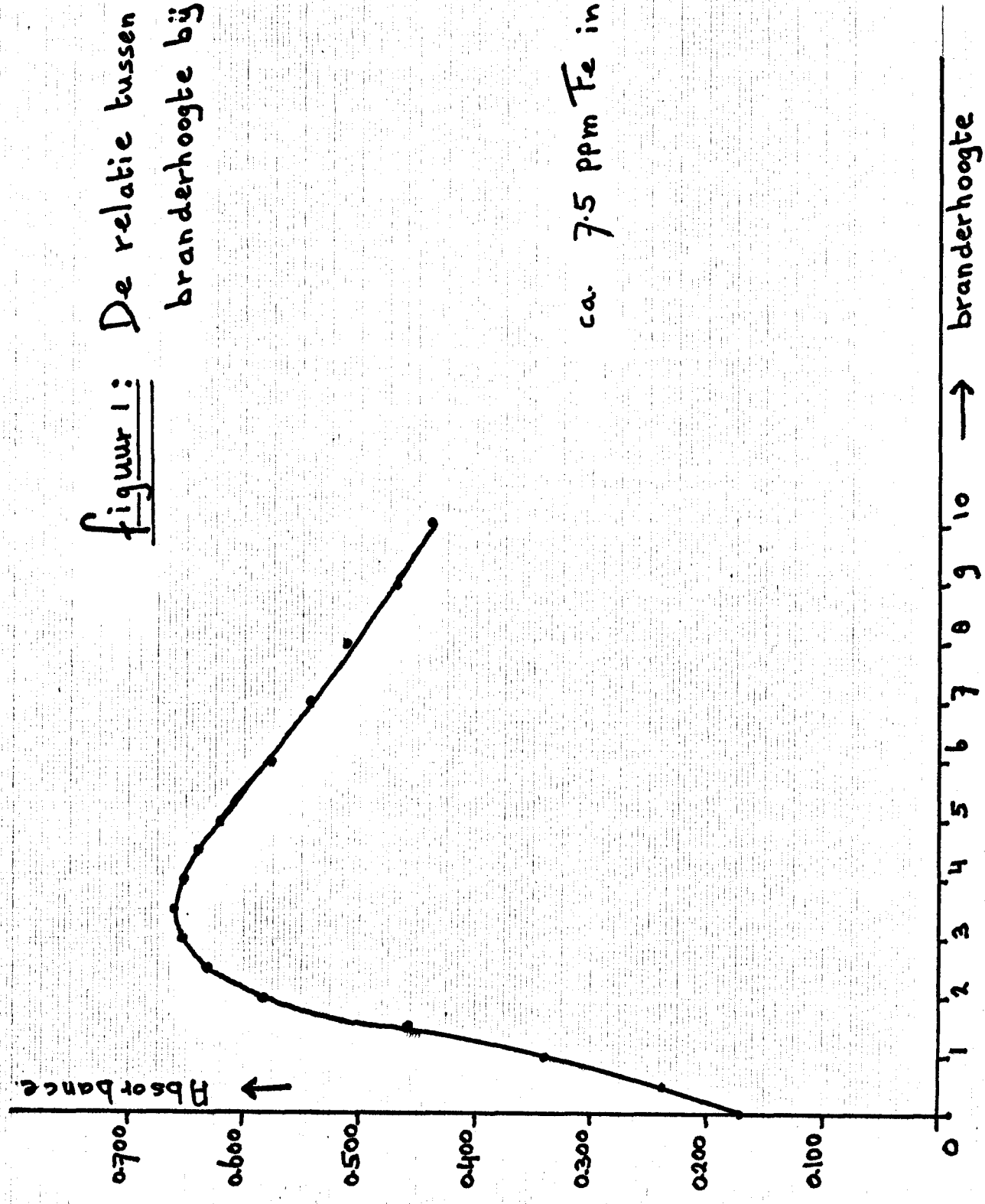
De voorschriften welke naar aanleiding van dit rapport werden opgesteld, dienen als basis voor de op te stellen meetvoorschriften voor direkte concentratiemetingen. Daar de essentie van de methodiek niet verandert is het niet noodzakelijk om het gehele onderzoek te herhalen. Slechts die specifieke meetkondities, welke direkt afhankelijk zijn van het apparaat waarmee men meet, moeten opnieuw worden vastgelegd. Voor meer algemene meetkondities kan worden verwezen naar het basisonderzoek.

De optimale branderhoogte werd nagegaan. In tabel 1 en figuur 1 is de relatie tussen absorptie en branderhoogte. Hierbij werd gemeten bij een lampstroom van 5 mA; een spleetbreedte van 0.2 nm en golflengte 248.3 nm.

De luchtflow, op de automatische gas-control-unit (m 80) gemeten, bedroeg "4.4" en de acetyleenflow "2.2".

figuur 1: De relatie tussen absorptie en
branderhoogte bij de Fe-bepaling m.b.v.
AA 1280

ca. 7.5 ppm Fe in HCl 0.05 N



branderhoogte	absorbance	branderhoogte	absorbance
0	0.170	4	0.652
$\frac{1}{2}$	0.238	$4\frac{1}{2}$	0.640
1	0.340	5	0.622
$1\frac{1}{2}$	0.460	6	0.577
2	0.584	7	0.544
$2\frac{1}{2}$	0.632	8	0.513
3	0.653	9	0.470
$3\frac{1}{2}$	0.660	10	0.440

Tabel 1: De relatie tussen absorptie en branderhoogte.

Als optimale branderhoogte werd " $3\frac{1}{2}$ " gevonden. Tevens bleek de branderhoogte nauwelijks invloed te hebben op de signaalruis. Vervolgend werd de optimale lucht-acetyleenverhouding gezocht door meting van een standaardoplossing bij een vaste luchtflow van "4.4" en bij diverse acetyleenflows. De branderhoogte werd gefixeerd op "3". Tevens werd de vlamabsorptie bij de diverse acetyleenflows gemeten. De relatie acetyleenflow-gevoeligheid en acetyleenflow-vlamabsorptie is in tabel 2 en figuur 2 gegeven.

Acetyleenflow	absorbance	vlamabsorptie
1.0	0.542	0.052
1.2	0.570	0.048
1.4	0.574	0.042
1.6	0.592	0.038
1.8	0.612	0.037
2.0	0.627	0.034
2.2	0.640	0.032
2.4	0.632	0.033
2.6	0.626	0.037
2.8	0.618	0.041
3.0	0.619	0.051
3.2	0.614	0.067
3.4	0.608	0.097
3.6	0.607	0.116
3.8	0.601	0.144
4.0	0.586	0.180

Tabel 2: De relatie tussen acetyleenflow en gevoeligheid en tussen acetyleenflow en vlamabsorptie.

Uit tabel en figuur 2 blijkt de optimale acetyleenflow "2.2" te zijn (bij een luchtflow van 4.4). De gevoeligheid is dan het grootst en de vlamabsorptie het kleinst. Deze arbitraire eenheden komen overeen met een acetyleenflow van ca. 2.1 liter per minuut en een luchtflow van ca. 11 liter per minuut.

In het basisvoorschrift werd een lampstroom van 5 mA gekozen als zijnde een optimum tussen signaalruis en gevoeligheid. In een globaal onderzoek werden dezelfde verschijnselen gekonstateerd als bij het basisonderzoek, zodat een lampstroom van 5 mA gehandhaafd blijft voor de metingen m.b.v. model 1280.

De keuze van spleetbreedte is bij gebruik van model 1280 beperkt tot 0.2 - 0.5 - 1.0 en 2.0 nm. De gekozen spleetbreedte in het basisvoorschrift bedraagt 0.17 nm, zodat een keuze van 0.2 nm voor de hand ligt temeer daar 0.5 nm geen voordeel biedt wat signaalruis betreft en tevens een kleinere gevoeligheid ten gevolge heeft.

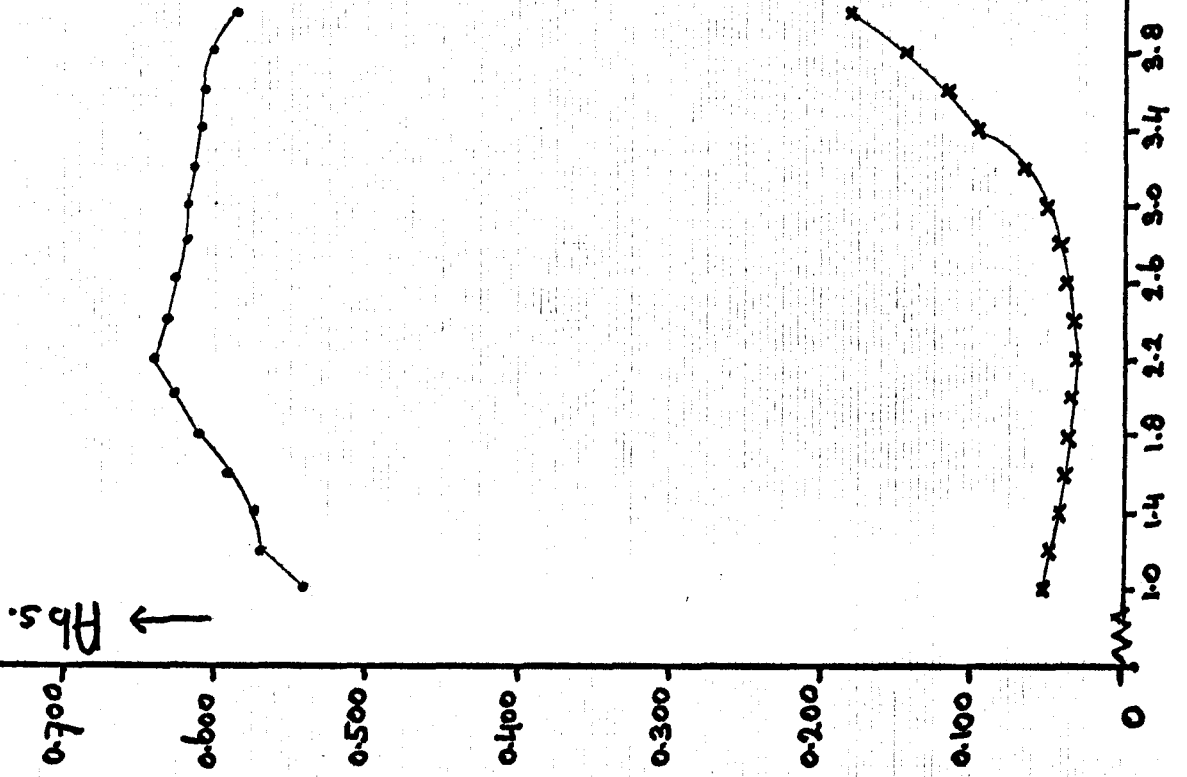
De gevonden signaalruis is, bij gebruik van damping A, aanzienlijk, hetgeen bij de instelling van de standaarden problemen op kan leveren. In figuur 3 is de signaalruis gegeven van de standaardreeks bij verschillende dampingniveaus. Hoewel de handleiding van de fabrikant (2) een damping A voorschrijft kan afwijking hiervan geen bezwaar zijn, mits men bedenkt dat de tijdsconstante hierbij groter wordt en derhalve het meetsignaal langzamer. Bij damping C wordt de eindwaarde zo langzaam bereikt dat akkuraat instellen vrijwel niet mogelijk is. Damping B geeft een voldoende snel signaal en betrekkelijk weinig ruis ten opzichte van damping A. Instellen bij damping B zal dan ook in het voorschrift worden vastgelegd. Bij de eigenlijke metingen vindt aflezing plaats na integratie. Hierbij wordt dus het signaal geïntegreerd zoals dat wordt verkregen bij damping A.

Resumerend geven de volgende algemene meetkondities de beste resultaten m.b.v. de Varian Techtron 1280 AA-meter:

lampstroom	:	5 mA.
golflengte	:	248.3 nm.
spleetbreedte	:	0.2 nm.
luchtflow	:	4.4.
acetyleenflow	:	2.2.
branderhoogte	:	$3\frac{1}{2}$
damping	:	B

De gevonden resultaten bij gebruik van bovenstaande parameters werden bereikt bij een EHT van ca. 450 V.

figuur 2: De relaties acetyleenflow-gevoeligheid en acetyleenflow-vlamabsorptie bij de Fe-bepaling m.b.v. AA 1280

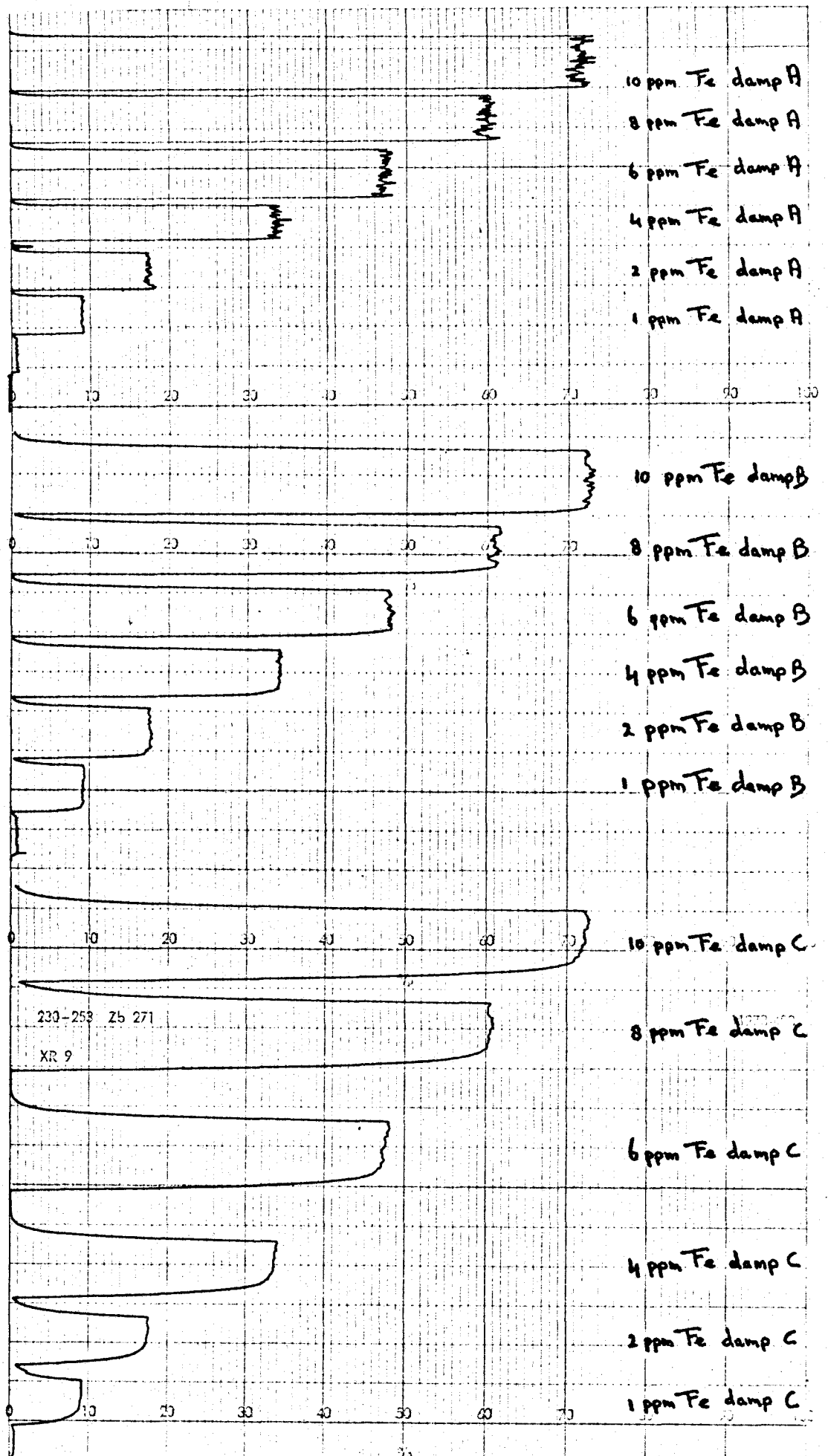


ca. 7.5 ppm Fe in HCl 0.05 N

—●— gevoeligheid

—x— vlamabsorptie

figuur 3: Invloed damping op signaalruis bij ijzerbepaling
m.b.v. AA 1280 in gevas



Koncentratiemetingen (algemeen.)

Koncentratiemeting vindt plaats door elektronische versterking van het meetsignaal. Het aldus verkregen meetsignaal bereikt een getalwaarde welke overeenstemt met de concentratie in de meetoplossing. Voor een goede en betrouwbare concentratiemeting worden in de handleiding van Varian Techtron (2) een aantal voorwaarden beschreven, waaraan moet worden voldaan. Zo moet de signaalversterking liefst zo klein mogelijk zijn, omdat niet alleen het meetsignaal maar tegelijkertijd ook de signaalruis wordt verstrekt. Verder moet de ijkcurve vrijwel lineair zijn daar de Varian Techtron 1280 met een tweepuntskurvekorrektor is uitgevoerd, zodat slechts twee punten van de ijkcurve kunnen worden ingesteld. De tweepuntsinstelling vindt plaats door een "lage" en een "hoge" concentratie van de standaardreeks te kiezen. De "lage" standaard dient een absorbance tussen 0.1 en 0.2 te geven. De "hoge" standaard moet een ongeveer vier à vijfmaal hogere concentratie hebben en een absorbance tussen 0.4 en 1.0 te geven.

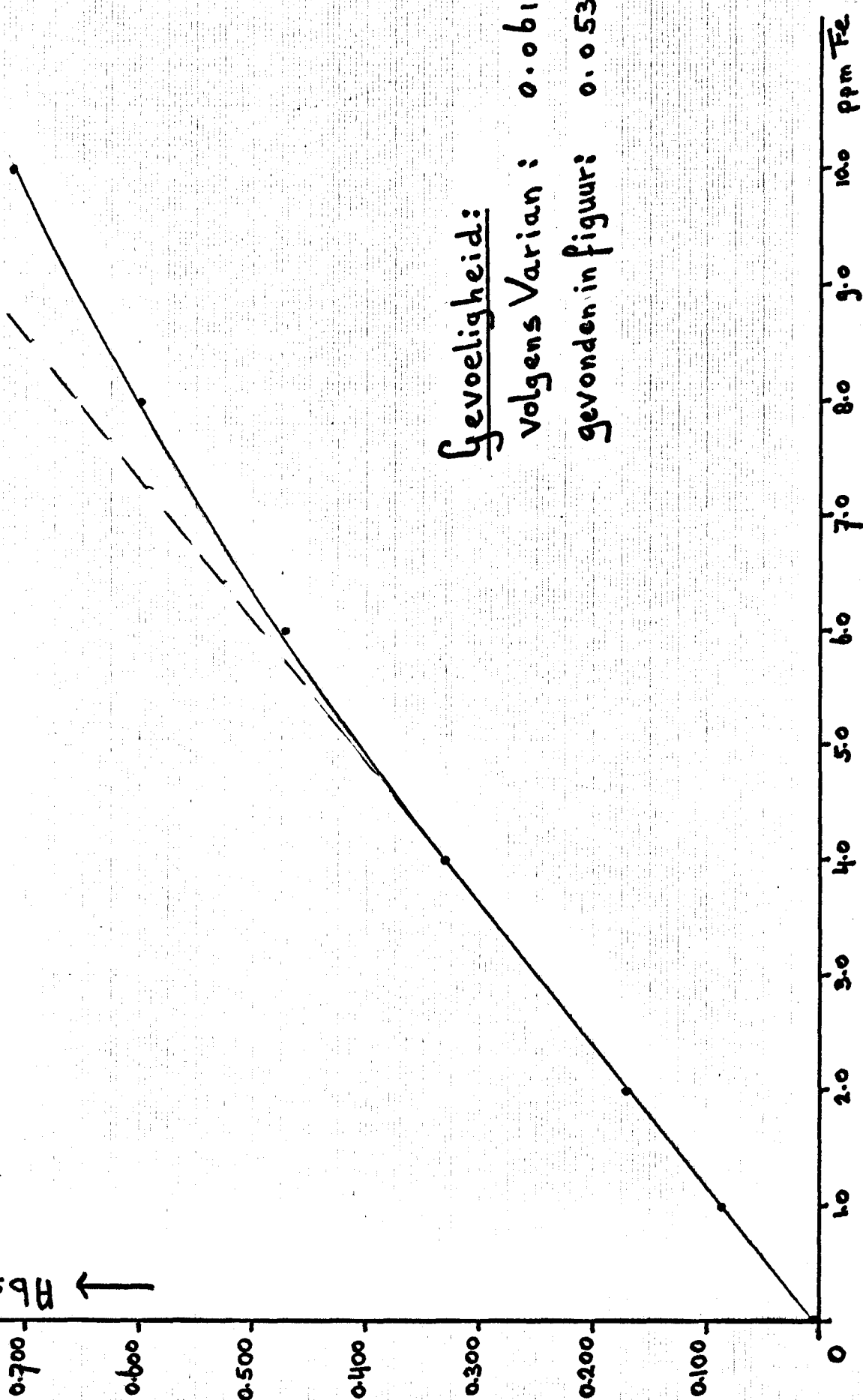
De metingen tussen de twee gekozen standaarden zijn het meest betrouwbaar. Kleine afwijkingen van bovengenoemde vuistregels zijn veelal toelaatbaar. Bij de Fe-bepaling in gewas worden twee verschillende standaardreeksen gebruikt, afhankelijk van de destruktiemethode. Een reeks 0-10 ppm Fe in HCl 0.05 N voor de salpeter-perchloorzuurdestruktie en een reeks 0-6 ppm Fe in H₂SO₄ 0.08 N voor de salpeter-perchloor-zwavelzuurdestruktie.

Voor de reeks 0-10 ppm Fe in HCl 0.05 N is de ijkcurve gegeven in figuur 4. Hieruit blijkt dat de opgegeven gevoeligheid ruimschoots wordt bereikt. De ijkcurve loopt tot ca. 5 ppm Fe recht en kromt zich naarmate de concentraties hoger worden.

Om rechtstreeks concentraties te kunnen meten in ppm Fe moet eerst worden nagegaan welke keuze van instelstandaarden het beste resultaat geven. In tabel 3 zijn achtereenvolgens gegeven; de absorbance van de standaardreeks volgens welke figuur 4 is gekonstrueerd; de signaalversterkingsfaktor (s.v.f.) waarmee het absorbance-meetsignaal moet worden vermenigvuldigd om het gewenste concentratie-meetsignaal te verkrijgen, waarbij geen rekening met decimalen wordt gehouden; de resultaten in ppm Fe in twee decimalen verkregen door meting van de standaardreeks nadat vooraf ingesteld werd met verschillende "lage" en "hoge" standaardkombinaties.

Figuur 4: Ykkurve 0-10 ppm Fe m.b.v. AA 1280.

↑
Abs



Gevoeligheid:

volgens Varian: 0.061 ppmFe

gevonden in figuur: 0.053 ppmFe

Reeks ppm Fe	Abs.	s.v.f.	ppm Fe (1-10)	ppm Fe (1-8)	ppm Fe (2-8)	ppm Fe (2-10)
0	0.004	-	0.03	0.02	0.01	0.02
1.00	0.088	1.14	0.98	0.99	1.00	1.01
2.00	0.172	1.16	1.95	1.97	2.00	2.01
4.00	0.331	1.21	3.92	3.99	4.02	4.04
6.00	0.474	1.27	5.82	5.92	5.98	5.96
8.00	0.602	1.33	7.87	8.04	7.99	7.94
10.00	0.713	1.40	10.04	10.24	10.20	10.06

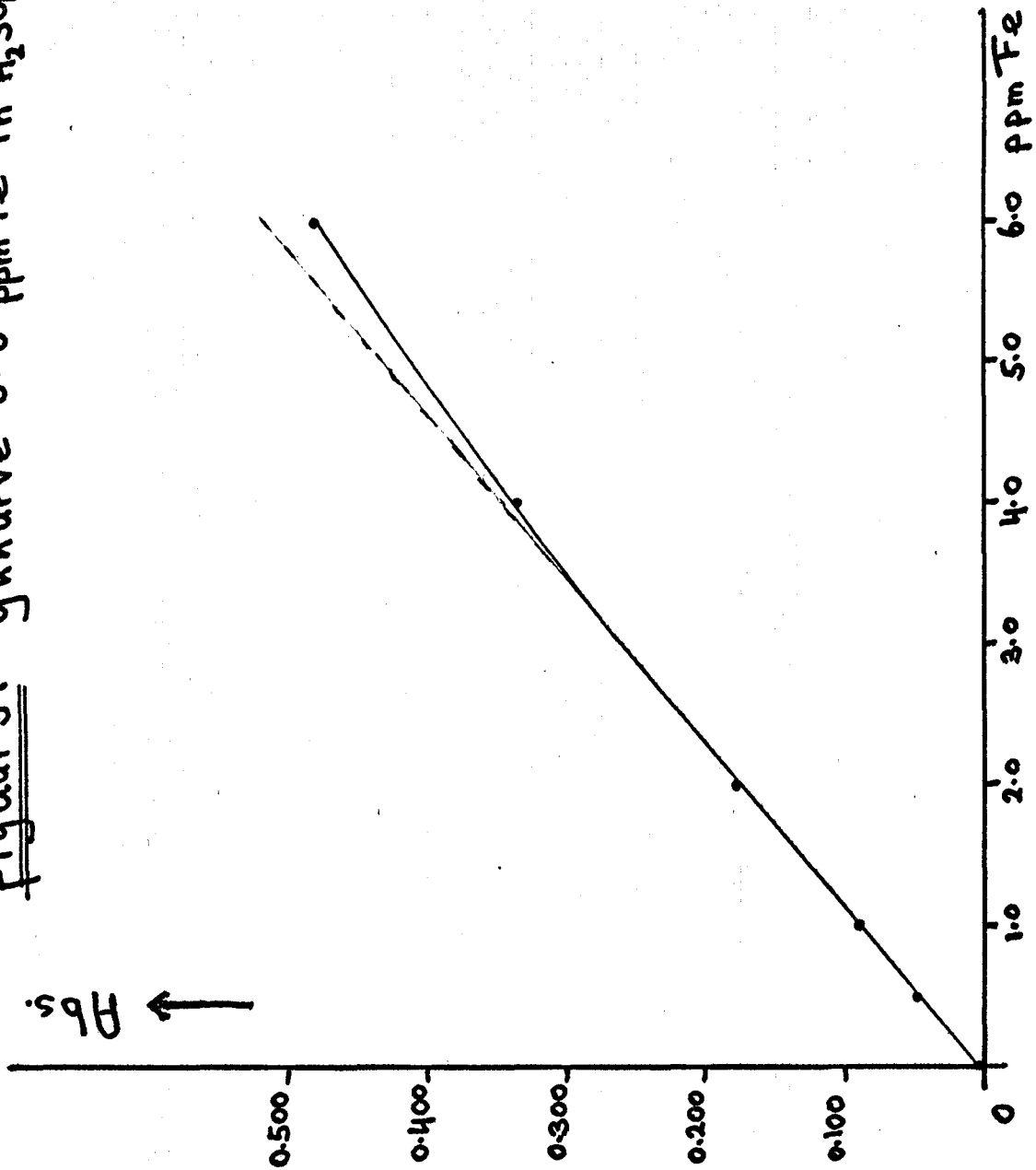
Tabel 3: Keuze van instelstandaarden voor Fe-koncentratiemetingen van 0-10 ppm Fe in HCl 0.05 N.

Uit tabel 3 blijkt dat de keuze van 2.00 ppm Fe als "lage" en 10.00 ppm Fe als "hoge" instelstandaarden goede resultaten geeft. De uitlezing in twee decimalen is goed uitvoerbaar. In voorkomende gevallen kan in plaats van 10.00 ppm Fe als "hoge" instelstandaard ook 8.00 ppm Fe worden gekozen mits er geen metingen groter dan 8.00 ppm Fe in de meetoplossing worden verricht, daar deze dan te hoog uit kunnen vallen. De integratietijd werd bepaald op 3 seconden daar er bij integratie over 10 seconden geen nauwkeuriger resultaat werd behaald.

Meting van de reeks 0-6 ppm Fe in H_2SO_4 0.08 N vindt volgens het basisvoorschrift plaats m.b.v. de Varian Techtron AA-5 na schaal-expansie. Bij normale absorptiemetingen m.b.v. de AA-1280 is schaal-expansie niet mogelijk, wel bij concentratiemetingen. In hoeverre dit mogelijk is in verband met de eerder vermelde voorwaarden voor concentratiemeting werd nagegaan. In figuur 5 is de ijkcurve opgenomen van de reeks 0-6 ppm Fe in H_2SO_4 0.08 N.

De gevonden ijkcurve is vrijwel identiek aan die in figuur 4, wat de gevoeligheid betreft. Bij de keuze van instelstandaarden moet worden bedacht dat juist ook het onderste deel van de ijkcurve benut dient te worden, omdat deze reeks wordt gebruikt bij destruataten waarbij van een grotere inzetverhouding wordt uitgegaan zodat bij gelijkblijvende Fe-gehalten in het gewas, lagere Fe-gehalten in de meetoplossingen zullen worden aangetroffen.

Figur 5: Ykkurve 0-6 ppm Fe in H_2SO_4 0.08N m-b.v. AA 1280



In tabel 4 wordt achtereenvolgens gegeven; de absorbance van de standaardreeks volgens welke figuur 5 is gekonstrueerd; de signaalversterkingsfaktor (s.v.f.) waarmee het absorbance-meetsignaal moet worden vermenigvuldigd om het gewenste concentratiemeetsignaal te verkrijgen, waarbij geen rekening wordt gehouden met decimalen; de resultaten in ppm Fe in twee decimalen verkregen door meting van de standaardreeks nadat vooraf werd ingesteld met verschillende "lage" en "hoge" standaardkombinaties.

Reeks ppm Fe	Abs.	s.v.f.	ppm Fe (0.5-6)	ppm Fe (1-6)
0	0.004	-	0.01	0.02
0.50	0.049	1.02	0.48	0.51
1.00	0.092	1.09	0.92	0.99
2.00	0.178	1.12	1.88	1.98
4.00	0.337	1.19	3.85	3.95
6.00	0.482	1.24	6.07	5.98

Tabel 4: Keuze van instelstandaarden voor Fe-koncentratiemetingen van 0-6 ppm Fe in H_2SO_4 0.08 N.

Uit tabel 4 blijkt dat de keuze van 1.00 ppm Fe als "lage" en 6.00 ppm Fe als "hoge" instelstandaarden goede resultaten geeft. Uitlezing in twee decimalen is goed uitvoerbaar.

Wanneer er slechts kleine verschillen in gevoeligheid optreden bij meting in andere dan de hierbovenvermelde milieus, kan er zonodig ook tot directe concentratiemetingen worden overgegaan volgens de bovenstaande procedures. De nadere toepassingen op de matrix waarin moet worden bepaald kan van hieruit worden onderzocht. Voor toepassing op het gewasonderzoek werd het volgende onderzoek uitgevoerd.

Toepassing Gewasonderzoek.

Bij het gewasonderzoek worden de Fe-gehalten uitgedrukt in mg Fe per kg (ppm)stoofdroog gewas. Volgens het basisvoorschrift wordt rechtstreeks gemeten in de destruat. Op deze wijze kan rechtstreeks Fe worden bepaald in ppm Fe in de meetoplossing. Nagegaan werd of het noodzakelijke rekenwerk kan worden vermeden door rechtstreeks af te lezen in mg Fe per kg gewas in de beide destruat.

Salpeter-Perchloorzuurdestruaten:

Rekeninghoudend met een inzetverhouding van 3 gram gewas in 100 ml destruaat, kunnen de gehalten van de reeks worden uitgedrukt in mg Fe per kg luchtdroog gewas.

In tabel 5 zijn gegeven; de absorbance van de standaardreeks; de gehalten van de reeks uitgedrukt in mg Fe per kg luchtdroog gewas in 1 decimaal; de signaalversterkingsfaktor waarmee het absorbance-meetsignaal moet worden vermenigvuldigd om het gewenste concentratiemeetsignaal in mg Fe per kg te verkrijgen, waarbij geen rekening met decimalen wordt gehouden; de gemiddelden van 15-voudige meting van de standaardreeks; de standaardafwijking van deze 15-voudige meting; idem de relatieve standaardafwijking; de procentuele afwijking van de gevonden gemiddelden ten opzichte van de berekende gehalten van de standaardreeks.

Reeks ppm Fe	berekend mg Fe kg ⁻¹	Abs.	s.v.f.	gevonden mg Fe kg ⁻¹	S mg Fe kg ⁻¹	% S.	Δ%
0	0.0	0.004	-	0.3	0.39	-	-
1	33.3	0.088	3.78	33.3	0.53	1.6	0.0
2	66.7	0.172	3.88	66.8	0.48	0.7	+ 0.1
4	133.3	0.331	4.03	133.3	0.89	0.7	0.0
6	200.0	0.474	4.22	201.0	0.66	0.3	+ 0.5
8	266.7	0.602	4.43	265.5	1.15	0.4	- 0.5
10	333.3	0.713	4.67	337.4	2.00	0.6	+ 1.2

Tabel 5: Dupliceerbaarheid in directe Fe-koncentratiemetingen in mg Fe kg⁻¹ in luchtdroog gewas bij gebruik van reeks 0-10 ppm Fe in HCl 0.05 N.

Hoewel de resultaten gewoonlijk in gehele getallen worden opgegeven, blijkt meting in een decimaal mogelijk. De gevonden waarden stemmen goed overeen met de berekende gehalten, hoewel dit sterk afhankelijk is van toevallige fouten in de bereiding van de standaarden en optimalisering van de meetcondities. Hoewel er bij de Fe-bepaling sprake is van relatief veel signaalruis (zie figuur 3), blijkt de in tabel 5 gevonden standaardafwijking gunstig laag te zijn. Wel dient te worden vermeld dat vooral in het onderste deel van de ijkcurve soms een langzaam toenemend signaal werd verkregen, mogelijk als gevolg van niet geheel stabiel blijven van de meest optimale golflengte, omdat steeds na konstatering van dit feit de golflengte een weinig kon worden bijgesteld.

De oorzaak van dit verloop is moeilijk aan te geven. Mogelijk heeft het iets te maken met instabiliteit van de lamp of het ingewikkelde spektrum van ijzer, waarbij isolatie van de resonantielijns volgens Christian en Feldman (3) zeer moeilijk wordt geacht. De keuze van een iets nauwere spleetbreedte zou enerzijds wel de isolatie van de resonantielijns verbeteren maar anderzijds ook de signaalruis meer versterken. Een kleinere spleetbreedte dan de gebruikte 0.2 nm is bij meting m.b.v. de AA-1280 niet mogelijk.

Gebleken is dat meting van concentratie zoals in tabel 5 uitvoerbaar is, wanneer tussentijdse afwijkingen worden bijgesteld.

De instelnaauwkeurigheid is in sterke mate afhankelijk van toevallige fouten in bereiding van de standaardreeks en de bediening van de apparatuur. Wanneer eenmaal de normale gevoeligheid is bereikt, kan de toegestane afwijking in het concentratie-meetsignaal worden gelimiteerd aan de hand van de gevonden standaardafwijking in tabel 5. Hantering van een 2.s-grens als toegestane fluctuatie in het verkregen meetsignaal is alleszins redelijk. De toegestane afwijking van de gevonden concentraties ten opzichte van de berekende concentraties kan eveneens op tweemaal de gevonden standaardafwijking worden gesteld.

De toelaatbare verschillen tussen duplowaarnemingen zullen groter dan de 2 s-grens mogen zijn, omdat naast de genoemde meetfouten hierbij ook rekening moet worden gehouden met destructiefouten e.d. Indeling in klassen van een groot aantal waarnemingen en per klasse de standaardafwijking berekenen levert een duidelijker beeld van de dupliceerbaarheid op. Voorlopig kan worden volstaan met een toegestane afwijking van minimaal 3% relatief tussen de gevonden duplo's. Voor hogere Fe-gehalten mogelijk zelfs meer.

Salpeter-Perchloor-Zwavelzuurdestruaten:

Rekeninghoudend met een inzetverhouding van 1 gram gewas in 100 ml. destruaat, kunnen de gehalten van de reeks worden uitgedrukt in mg Fe per kg luchtdroog gewas.

In tabel 6 zijn gegeven: de absorbance van de standaardreeks; de gehalten van de reeks uitgedrukt in mg Fe per kg luchtdroog gewas in gehele getallen; de signaalversterkingsfactor waarmee het absorbance-meetsignaal moet worden vermenigvuldigd om het gewenste concentratie-meetsignaal in mg Fe per kg te verkrijgen, zonder rekening te houden met de decimalen; de gemiddelden van 11-voudige meting van de standaardreeks;

idem de relatieve standaardafwijking; de procentuele afwijking van de gevonden gemiddelden ten opzichte van de berekende gehalten van de standaardreeks.

Reeks ppm Fe	berekend mg Fe kg ⁻¹	Abs.	s.v.f.	gevonden mg Fe kg ⁻¹	s mg Fe kg ⁻¹	% s	Δ%
0	0	0.004	-	0	0.3	-	-
0.5	50	0.049	1.02	49	0.9	1.8	-2.0
1	100	0.092	1.09	99	1.1	1.1	-1.0
2	200	0.178	1.12	201	1.4	0.7	+0.5
4	400	0.337	1.19	400	1.7	0.4	0.0
6	600	0.482	1.24	604	2.9	0.5	+0.7

Tabel 6: Dupliceerbaarheid in directe Fe-koncentratiemetingen in mg Fe kg⁻¹ in luchtdroog gewas bij gebruik van reeks 0-6 ppm Fe in H₂SO₄ 0.08 N.

Meting in één decimaal bleek weliswaar mogelijk maar vooral in het lage traject van de ijkcurve werd een geleidelijk toenemend meet-sigitaal gevonden van vooral de blanco en de standaard 0.5 ppm Fe. Daar bij deze destruktiemethode het accent juist op de lagere gehalten van de reeks valt werd getracht concentraties te meten in gehele getallen, hetgeen eigenlijk precies gelijk is aan datgene wat in tabel 4 plaatsvindt. Ook bleek de lineariteit iets beter te zijn bij meting in gehele getallen. De dupliceerbaarheid is goed, getuige tabel 6.

Betreffende de instelnauwkeurigheid en de toelaatbare afwijkingen in het concentratie-meetsigitaal van standaarden en monsters geldt hetzelfde als onder salpeter-perchloorzuurdestruaten.

Samenvatting/Konklusie.

De bepaling van ijzer door middel van atomaire absorptie in gewas, waarbij rechtstreeks concentraties worden gemeten, blijkt met voldoende nauwkeurigheid technisch uitvoerbaar te zijn met Varian Techtron atoomabsorptiespektrofotometer model 1280.

Voorschriften welke de uitvoering van de meting beschrijven (bijlagen 1 en 2), zijn opgesteld en met ingang van 01-09-1975 in gebruik genomen welke toepasbaar zijn voor twee verschillende destruktiemethoden.

Eventuele concentratiemeting van ijzer in ander materiaal of na een andere voorbewerking kan zo nodig met relatief weinig onderzoek worden uitgevoerd aan de hand van hetgeen in het algemene gedeelte van dit rapport is beschreven.

Researchlab., september 1979

S.S. de Bes.

Literatuur.

1. Bes, S.S. de - en P.A. van Dijk.
De bepaling van ijzer d.m.v. atomaire absorptie in gewas,
(juli 1975).
2. Varian Techtron.
Instruction Manual for models 1100 and 1200 (september 1973).
3. Christian. G.D. - en F.J. Feldman.
Atomic Absorption Spectroscopy: applications in agriculture,
biology, and medicine.
uitgave: John Wiley and Sons (1970).

Fe - Gewas I.

Fe-koncentratie metingen in gewas, na destructie van 3.000 gram materiaal met salpeter-perchloorzuur tot 100 ml, door middel van Varian Techtron 1280 AA-meter.

0. Algemeen.

- 0.04 lampvoeding : 5.0 mA.
- 0.05 spleetbreedte : 0.2 nm.
- 0.06 golflengte : 248.3 nm.
- 0.07 branderhoogte : 3.5

1. Vlamontsteking.

- 1.1 brander: Varian Techtron 02-100036-00 (blauw).
- 1.3 gasmengsel: AIR/ACET.
- 1.4 "FUEL": 2.2 "OXIDANT": 4.4

2. Optimalisering Meetkondities.

- 2.2 optimalisering: verstuf standaard 10 ppm Fe (absorbance \pm 0.710) of standaard 8 ppm Fe (absorbance \pm 0.600).
- 2.4 extinktiefactoren standaardoplossingen nadat 0 ppm Fe op absorbance 0.000 (\pm 0.005) is gebracht met knop "ZERO".

reeks 0-10 ppm Fe:	Extinktie	toegestane afwijking
1 ppm Fe	0.090	\pm 0.005
2 ppm Fe	0.170	\pm 0.006
4 ppm Fe	0.330	\pm 0.007
6 ppm Fe	0.475	\pm 0.010
8 ppm Fe	0.600	\pm 0.012
10 ppm Fe	0.715	\pm 0.015

Gevoeligheid volgens opgave van fabrikant: 0.061 ppm Fe

3. Extinktiemetingen.

- 3.0 integratietijd: 3 seconden.

4. Koncentratiemetingen.

4.0 zie 2.4

4.1 "DAMP B".

4.2 1 decimaal.

4.4 blanco op nul stellen.

4.5 instelstandaard voor onverdunde destruat

inhoudend 3 gram per 100 ml.

LOW: 2 ppm Fe instellen op $66.7 \text{ mg Fe kg}^{-1}$ (ppm).

HIGH: 10 ppm Fe instellen op $333.3 \text{ mg Fe kg}^{-1}$ (ppm).

Na instelling moet worden gevonden:

0 ppm Fe	→	0.0 (± 0.8)	mg Fe kg^{-1}	(ppm).
1 ppm Fe	→	33.3 (± 1.1)	mg Fe kg^{-1}	(ppm).
2 ppm Fe	→	66.7 (± 1.5)	mg Fe kg^{-1}	(ppm).
4 ppm Fe	→	133.3 (± 1.8)	mg Fe kg^{-1}	(ppm).
6 ppm Fe	→	200.0 (± 2.0)	mg Fe kg^{-1}	(ppm).
8 ppm Fe	→	266.7 (± 2.8)	mg Fe kg^{-1}	(ppm).
10 ppm Fe	→	333.3 (± 4.0)	mg Fe kg^{-1}	(ppm).

4.7 integratietijd: 3 seconden.

Berekening.

De resultaten zijn rechtstreeks uitgedrukt in mg Fe per kg luchtdroog gewas, mits er uitsluitend destruat is gebruikt welke 3 gram materiaal per 100 ml bevatten.

Alle andere handelingen, zoals andere hoeveelheden in bewerking genomen en eventuele verdunningen moeten apart in berekening worden gebracht.

Resultaten opgeven in gehele getallen.

Fe - Gewas II.

Fe-koncentratie metingen in gewas, na destructie van 1.000 gram materiaal met salpeter-perchloor-zwavelzuur tot 100 ml, door middel van Varian Techtron 1280 AA-meter.

0. Algemeen.

- 0.04 lampvoeding : 5.0 mA.
- 0.05 spleetbreedte : 0.2 nm.
- 0.06 golflengte : 248.3 nm.
- 0.07 branderhoogte : $3\frac{1}{2}$

1. Vlamontsteking.

- 1.1 brander: Varian Techtron 02-100036-00 (blauw).
- 1.3 gasmengsel: AIR/ACET.
- 1.4 "FUEL": 2.2 "OXIDANT": 4.4

2. Optimalisering Meetkondities.

- 2.2 optimalisering: verstuij standaard 6 ppm Fe (absorbance ± 0.480).
- 2.4 extinktie standaardoplossingen nadat 0 ppm Fe op absorbance 0.000 (± 0.005) is gebracht met knop "ZERO".

reeks 0-6 ppm Fe:	Extinktie	toegestane afwijking
0.5 ppm Fe	0.050	± 0.005
1 ppm Fe	0.090	± 0.005
2 ppm Fe	0.180	± 0.006
4 ppm Fe	0.340	± 0.007
6 ppm Fe	0.480	± 0.010

Gevoeligheid volgens opgave van fabrikant: 0.061 ppm Fe.

3. Extinktiemetingen.

- 3.0 integratietijd: 3 seconden.

4. Koncentratiemetingen.

4.0 zie 2.4

4.1 "DAMP B".

4.2 gehele getallen.

4.4 blanco op nul stellen.

4.5 instelstandaarden voor onverdunde destruat
inhoudend 1 gram per 100 ml.

LOW : 1 ppm Fe instellen op 100 mg Fe kg⁻¹ (ppm).

HIGH : 6 ppm Fe instellen op 600 mg Fe kg⁻¹ (ppm).

Na instelling moet worden gevonden:

0 ppm Fe	→	0 (± 3) mg Fe kg ⁻¹ (ppm).
0.5 ppm Fe	→	50 (± 3) mg Fe kg ⁻¹ (ppm).
1 ppm Fe	→	100 (± 3) mg Fe kg ⁻¹ (ppm).
2 ppm Fe	→	200 (± 3) mg Fe kg ⁻¹ (ppm).
4 ppm Fe	→	400 (± 4) mg Fe kg ⁻¹ (ppm).
6 ppm Fe	→	600 (± 6) mg Fe kg ⁻¹ (ppm).

4.7 integratietijd: 3 seconden.

Berekening.

De resultaten zijn rechtstreeks uitgedrukt in mg Fe per kg lucht-
droog gewas, mits er uitsluitend destruat zijn gebruikt welke
1 gram materiaal per 100 ml bevatten.

Alle andere handelingen, zoals andere hoeveelheden in bewerking
genomen en eventuele verdunningen moeten apart in berekening
worden gebracht.

Resultaten opgeven in gehele getallen.