Cb

Bibliotheek
Proefstation
Naaldwijk
A
05
R
56

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

MAGNESIUMBEPALING IN GEWAS.

Door:
H.A.J. V. RODIJNEN.

Naaldwijk, 1968

2227905

A
05
R
56

BIBLIOTHEEK
Proefstation voor de Groenten- en
Fruitteelt onder Glas te Naaldwijk.

05404457
Standaard nr.
2450

Magnesiumbepaling in gewas.

Reeds geruime tijd behoorde de colorimetrische magnesiumbepaling in gewas (bijlage 1) tot een van de onnauwkeurigste bepalingen. Dit was in hoofdzaak te wijten aan het geringe verschil in extinctie tussen de laagste (0 mg MgO/l) en de hoogste standaard (50 mg MgO/l), in vele gevallen slechts ± 0.250 E. Het verschil in extinctie tussen de standaarden 20 mg MgO/l en 50 mg MgO/l bedroeg in vele gevallen slechts 0.050 E.

In 1967 was hier een colorimetrische methode opgesteld voor een magnesiumbepaling in waterige extracten van grondmonsters (bijlage 2). Naast goede storingsonderdrukking is deze methode gevoeliger dan de methode in bijlage 1, omdat i.p.v. een sacharose - zetmeeloplossing een mengsel van glycerine en polyvinylalcohol als colloidbeschermer gebruikt wordt.
Het verschil in extinctie tussen de laagste (0 dpm Mg) en de hoogste standaard (40 dpm Mg = 66,5 mg MgO/l) bedraagt ca. 0.500 E. De bepaling voldoet aan de wet van Lambert - Beer bij een golflengte van 550 nm.

Voor de magnesiumbepaling in gewas is hetzelfde voorschrift gevolgd als voor grondextracten volgens bijlage 2, met uitzondering van de standaardreeks. Deze staat niet in gedemineraliseerd water, maar is evenals de gewasresidues 0.05 n aan HCl (bijlage 3).
In de tabel staan de magnesiumgehalten (mmol Mg/100 g stoofdroog materiaal) gegeven van gewasmonsters behorende tot de s.n. uitwisselingsronde.
Naast de resultaten, gevonden in duplo destruaten volgens de nieuwe methode (bijlage 3) staan de resultaten gevonden door het laboratorium voor Landbouwscheikunde te Wageningen.

µmol Mg/100 g stoofdroog materiaal				
nr	Naaldwijk		Wageningen	
Juli - Aug.				
1	19	19	19	20
2	13	13	14	13
3	12	12	12	12
4	24	29	28	26
5	13	13	13	14
6	29	29	29	26
sept. - okt.				
1	5	5	5	5
2	18	18	18	17
3	12	11	12	11
4	13	13	13	13
5	24	24	23	23
6	5	5	5	4
gem	16	16	16	15

Uit de tabel kan de conclusie worden getrokken dat de bepalingsmethode, vermeld in bijlage 3, zonder bezwaar toegepast kan worden.

Literatuur:

1) Rodijnen H.A.J. van: Colorimetrische magnesiumbepaling in waterig extract (1967). Intern verslag Proefstation.

Grondlab. november 1968.
H.A.J. v. Rodijnen.

Note:
De methode volgens bijlage 3 is met ingang van okt. 1968 in gebruik genomen.

MAGNESIUM BEPALING IN GEWAS.

Apparatuur:

bekerglazen, hoog model, van 400 ml.
waterbad.
horlogeglazen, ø ca. 8 cm.
elektrische kookplaat van 500-1500 watt.
maatkolven van 100 en 200 ml.
wijdmondse pillenflesjes van 30 ml.
colorimeter, Kipp.

Reagentia:

salpeterzuur, HNO_3; 65%; p.a.
perchloorzuur, $HClO_4$; 70%; chem. z.
zoutzuur, HCl; gec.; p.a.
zoutzuur, HCl; 0,05 n; p.a.
4,0 ml 38% zoutzuur aanvullen tot 1,0 l met gedemineraliseerd water.
zoutzuur, HCl; p.a.; 5 n.
400 ml 38% zoutzuur aanvullen tot 1,0 l met gedemineraliseerd water.
azijnzuur, CH_3COOH; chem. z; 1 n.
56,8 ml ijsazijn, chem. z., 99-100%, aanvullen tot 1,0 l met gedemineraliseerd water.
saccharose-zetmeeloplossing.
2,4 g saccharose, $C_{12}H_{22}O_{11}$, p.a., oplossen in ca. 75 ml heet gedemineraliseerd water; 1,6 g zetmeel, p.a., dat met weinig gedemineraliseerd water is aangeroerd, toevoegen en na opkoken en afkoelen tot 100,0 ml aanvullen.
Deze oplossing is 2 dagen houdbaar.
Titaangeeloplossing, 0,4%.
0,4 g titaangeel oplossen in 1,0 l gedemineraliseerd water.
natriumhydroxyde, NaOH; chem. z.; 4,5 n.
180 g natriumhydroxyde, NaOH, oplossen in ca. 750 ml gedemineraliseerd water. Langzaam, onder zwenken, 10 ml van een

driewaardige ijzeroplossing toevoegen. Na afkoelen aanvullen tot 1,0 l.

driewaardige ijzeroplossing, Fe^{+++}; 1 mg ferri-ionen per ml.
861 mg, ijzerammoniakaluin, $Fe_2(SO_4)_3(NH_4)_2SO_4$. 24 aq. oplossen in 100 ml gedemineraliseerd water.

hoofdstandaardoplossing, 1 mg MgO per ml; 1 n aan HCl.
MgO, p.a. op een blaasvlam gloeien, na afkoelen 1000.0 mg afwegen in een glazen weegflesje. Nu voorzichtig met iets gedemineraliseerd water het MgO bevochtigen, zó dat het poeder niet stuift (deksel).
Na dat het MgO geheel vochtig is, overbrengen in maatkolf; toevoegen 80 ml 38% zoutzuur, oplossen en aanvullen met gedemineraliseerd water tot 1000.0 ml.

standaardoplossing, 0.05 n aan HCl.
250 γ MgO per 5.0 ml: 10.0 ml hoofdstandaard aanvullen tot 200.0 ml met gedemineraliseerd water.
200 γ MgO per 5.0 ml: 10.0 ml hoofdstandaard en 50 ml 0.05 n HCl tot 250.0 ml aanvullen met gedemineraliseerd water.
150 γ MgO per 5.0 ml: 15.0 ml hoofdstandaard en 200 ml 0.05 n HCl tot 500.0 ml aanvullen met gedemineraliseerd water.
100 γ MgO per 5.0 ml: 10.0 ml hoofdstandaard en 300 ml 0.05 n HCl tot 500.0 ml aanvullen met gedemineraliseerd water.
50 γ MgO per 5.0 ml: 5.0 ml hoofdstandaard en 400 ml 0.05 n HCl tot 500 ml aanvullen met gedemineraliseerd water.

~~Controlemengsel: zie hiervoor een afzonderlijk voorschrift.~~

Uitvoering van de analyse:

~~6~~ 3.000 g luchtdroog gewas in een bekerglas van 400 ml brengen. Bij elke serie van 18 monsters een standaardmonster, en twee blanco's ~~en een controlemengsel~~ meenemen.
~~10~~ 5 ml salpeterzuur, ~~60%~~ 65%, toevoegen; roeren met afgeplatte roerstaaf. Tot bijna droog dampen op waterbad. Deze bewerkingen herhalen.
Vervolgens eerst toevoegen ~~20~~ 10 ml 1:1 verdund salpeterzuur en het materiaal fijn wrijven; pas daarna twee glasparels en ~~20~~ 10 ml ca. ~~60%~~ 70% perchloorzuur toevoegen.
VOORZICHTIG met perchloorzuur; OGEN beschermen!!! Voor de distributie, zie Na-bepaling.

Op een elektrische kookplaat op stand 500 watt (zachtjes) destrueren: bekerglas met horlogeglas afsluiten.
Is ongeveer de helft van het zuur verdampt (na ca. 3.5 uur), dan op stand 1000 watt (hard) droogkoken. De horlogeglazen geleidelijk schuiner leggen (voorzichtig!!!).
Zijn er na droogdampen nog zwarte delen in de as of aan het glas, dan moet eerst een weinig 1:1 verdund salpeterzuur en daarna een weinig perchloorzuur worden toegevoegd en drooggedampt.
Ten slotte de as driemaal met 2 ml zoutzuur geconc. afroken op een waterbad, en het residu in 15 ml zoutzuur geconc. en een weinig gedemineraliseerd water, oplossen door verwarmen en fijnwrijven.
Het destruaat in een maatkolf van 100 ml overspoelen en na afkoelen aanvullen met gedemineraliseerd water.
Van het destruaat 10.0 ml afpipetteren in een maatkolf van 100 ml en aanvullen met 0.05 n HCl. Van deze 1:10 verdunde oplossing 5.0 ml afpipetteren in een wijdmonds pillenflesje van 30 ml. Indien nog grotere verdunning gewenst is, minder afpipetteren en aanvullen met 0.05 HCl.
Van de standaardoplossingen 5.0 ml afpipetteren.
Aan onbekende en standaarden toevoegen met maatpipetten:
5 ml 1 n azijnzuur, 5 ml saccharose-zetmeel oplossing, 5 ml titaangeeloplossing en 5 ml natriumhydroxyde 4.5 n (die per ml 0.01 mg Fe^{+++} bevat).
Na elke toevoeging goed mengen.
Na ½ à 1 uur doormeten m.b.v. Kipp colorimeter bij filter 550 nm in aftapcuvet ø ca. 2 cm.

Berekening van de uitkomsten:

De via standaardcurve verkregen resultaten in

$$\% \text{ MgO} \times 0.007 \times \frac{100}{\% \text{ dr. stof}} = \% \text{ MgO op stoofdroog materiaal.}$$

Resultaten opgeven in 2 decimalen.

De magnesiumbepaling met thiazolgeel in vaterig 1:5 extract.

A. Reagentia.

1. hoofdstandaard 100 dpm Mg.

2. standaardreeks 0-40 dpm Mg.

3. compensatieoplossing:
Los op 10 gram aethyleenglykol-bis (2-amino-aethyl) -N, N, N' ,N'' tetra-acetaat (EGTA - purum) in zo weinig mogelijk KOH 6 n (ca. 11 ml) en neutraliseer tot pH 7 (m.b.v. een pH-meter) met HCl 1 n. Voeg in deze volgorde toe 20 ml triaethanolamine, 80 mg $MnSO_4$ 4 aq. en 90 mg $AlCl_3$.6 aq., ieder van te voren opgelost in een beetje aq.dest. en 15 ml standaardoplossing Mg 100 dpm. Breng vervolgens op 400 ml met aq.dest.
De compensatieoplossing is minstens 1 maand houdbaar.

4. thiazolgeeloplossing:
Voeg aan 10 ml titaangeel 0.40% "Baker" toe, 5 ml polyvinylalcohol 1% ("BDH", koken in water), 25 ml KH_2PO_4 1.75% en 50 ml glycerine en vul aan met aq.dest. tot 100 ml.
De oplossing is één dag houdbaar.

5. mengoplossing:
Meng 1 deel compensatieoplossing met 1 deel thiazolgeeloplossing en 1.5 deel H_2O gedem.

6. natronloog NaOH; 2,5 n; chem. z.

B. Werkwijze:

Pipetteer van standaarden en extracten	0,5 ml
voeg toe van de mengoplossing	3,5 ml
voeg toe aan NaOH 2,5 n	2,0 ml

Na 1 uur de kleur intensiteit bepalen. Metingen t.o.v. standaard 0 dpm in 1 cm cuvetten bij een golflengte van 550 nm.

De magnesiumbepaling met thiazolgeel in gevaa.

A. Reagentia.

1. hoofdstandaard 100 dpm Mg.

2. standaardreeks 0-40 dpm Mg in HCl 0,05 n.

3. compensatieoplossing:
Los op 10 gram aethyleenglykol-bis (2-amino-aethyl) -N, N, N' ,N'' tetra-acetaat (EGTA - purum) in zo weinig mogelijk KOH 6 n (ca. 11 ml) en neutraliseer tot pH 7 (m.b.v. een pH-meter) met HCl 1 n. Voeg in deze volgorde toe 20 ml triaethanolamine, 80 mg $MnSO_4$ 4 aq. en 90 mg $AlCl_3$.6 aq., ieder van te voren opgelost in een beetje aq.dest. en 15 ml standaardoplossing Mg 100 dpm. Breng vervolgens op 400 ml met aq.dest.
De compensatieoplossing is minstens 1 maand houdbaar.

4. thiazolgeeloplossing:
Voeg aan 10 ml titaangeel 0.40% "Baker" toe, 5 ml polyvinylalcohol 1% ("BDH", koken in water), 25 ml KH_2PO_4 1.75% en 50 ml glycerine en vul aan met aq.dest. tot 100 ml.
De oplossing is 1 dag houdbaar.

5. mengoplossing:
Meng 1 deel compensatieoplossing met 1 deel thiazolgeeloplossing en 1.5 deel H_2O gedem.

6. natronloog NaOH; 2.5 n; chem. z.

B. Werkwijze:
Destructie zie bijlage 1.
Pipetteer van standaarden en 1:10 verdunde oplossingen 0.5 ml.
Voeg toe van de mengoplossing 3,5 ml.
Voeg toe aan NaOH 2,5 n 2 ml.
Na 1 uur de kleurintensiteit bepalen. Metingen t.o.v. standaard 0 dpm in 1 cm cuvetten bij een golflengte van 550 nm.