

16

Bibliotheek  
Proefstation  
Naaldwijk

A  
2  
B  
50

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

De bepaling van magnesium in morgn<sup>a</sup>extracten van potgrond- en mestmonsters  
d.m.v. atomaire absorptie.

door:

S.S.de Bes,

P.A.den Dekker.

A  
2  
B  
50

2514

Stamboek no. 4073

De bepaling van magnesium in organextracten van potgrond- en mestmonsters d.m.v. atomaire absorptie.

**Inhoud:**

	pag.
Inleiding:	1
Onderzoek:	
potgrond	1
mest	5
Samenvatting:	6
Literatuur:	7
Bijlagen (1 t/m 5).	

Januari 1971.

S.S. de Bes.

P.A. den Dekker.

De bepaling van magnesium in morganextracten van potgrond- en mest-  
monsters d.s.v. atomaire absorptie.

Inleiding:

Na de vervanging van de Mg-morganbepaling door de MgO-waterbepaling m.i.v. 1-10-'70 bij het grondonderzoek bleef in eerste instantie de vraag naar de Mg-morganbepaling in potgrond- en mestonderzoek gehandhaafd hetgeen mede in verband stond met internationale afspraken. Inmiddels is per 1-1-'71 ook voor het potgrondonderzoek de Mg-morganbepaling vervangen door die van MgO-water. Echter na 1-10-'70 ontstond op het routinelab de behoefte aan een aangepaste Mg-morganbepaling, met morgan als extractiemiddel gevolgd door de MgO-wateranalyse als colorimetrische bepalingmethode. In dat verband diende het MgO-watervoorschrift te worden omgewerkt. Hierbij kon tevens een voorlopige vergelijking worden getrokken met een Mg-bepaling d.s.v. atomaire absorptie, welke dan tegelijkertijd toepassing zou kunnen vinden in het mestonderzoek waarbij ook na 1-1-'71 magnesium dient te worden blijven bepaald in het morganextract.

Onderzoek:

Potgrond.

Allereerst werd in een aantal potgrondextracten Mg bepaald volgens het oude voorschrift (zie bijlage 1) waarvan vervolgens in dit verslag de resultaten zullen worden aangeduid als "Mg-oud".

Vervolgens werd in dezelfde extracten Mg bepaald volgens het voorschrift MgO-water (zie bijlage 2). Echter zoals uit dit voorschrift blijkt, bevat de hoogste standaard 40 mg magnesium per liter terwijl de "oude" hoogste standaard 200 mg magnesium per liter bevatte, dit maakte het noodzakelijk om de morganextracten eerst 5 x te verdunnen alvorens ze volgens de MgO-watermethode te analyseren.

Tenslotte werd in de 5 x verdunde extracten Mg bepaald m.b.v. de A-A-5 welke bepaling zo gevoelig bleek dat verdunningen nodig zijn tot  $< 1$  dpm Mg. Hiervoor werden de reeds 5 x verdunde extracten nog eens 50 x extra verdund. De totale verdunningsfactor bedroeg dus 250, hetgeen betekent dat de nauwkeurigheid geschat kan worden op  $\pm 1.25$  dpm Mg, omdat de afleesnauwkeurigheid van de ijkeurve op 0.005 dpm Mg geschat werd.

De resultaten van de drie genoemde onderzoeken worden vergeleken in tabel 1.

Lab.nr.	Mg-oud	Mg-MgO-water 5 x verdund	Mg-A-A 250 x verdund	Opmerkingen
Pg	dpm	dpm	dpm	
9901	204	175	210	Bij Mg-A-A zijn monsters met gehalten > 250 dpm Mg niet zo lang verdund tot ze in de reeks vielen.  ± wil zeggen deze gehalten liggen boven de hoogste standaard.
9902	± 355	± 312	457	
9903	± 360	± 395	860	
9904	± 328	± 295	432	
9905	162	143	168	
9906	± 274	± 233	362	
9907	± 231	197	268	
9908	29	28	30	
9909	156	139	158	
9910	± 219	190	225	
9911	170	150	174	
9912	120	104	120	
9913	202	181	212	
9914	130	114	132	
9915	130	118	126	
9916	132	117	126	
9917	± 264	± 236	309	
9918	± 390	± 348	546	
9919	± 268	± 235	334	
9920	112	105	123	
9921	± 250	± 216	316	
9922	194	175	204	
9923	118	106	116	
9924	± 226	203	261	
9925	± 232	200	288	
gemiddeld	210	193	262	over alle waarnemingen over waarnemingen zonder ± in de eerste kolom.
gemiddeld	143	127	146	

Tabel 1.

Uit tabel 1 blijkt dat de resultaten welke gevonden werden met de aangepaste MgO-wafermethode lager uitvallen dan de uitkomsten van de beide andere methoden. Bovendien blijken verscheidene monsters meer dan 200 dpm Mg te bevatten, hetgeen door extra te verdunnen kan worden voorkomen. Daarom werd een soortgelijk proefje herhaald maar nu werden voor de MgO-wafermethode de extracten 11 x i.p.v. 5 x verdund met ged.wafer. De extra verdunningsfactor voor de A-A-methode werd teruggebracht tot 20, zodat de totale verdunningsfactor 220 bedroeg. Dit houdt in dat de geschatte bepalingenauwkeurigheid voor gehalten < 220 dpm Mg slechts  $\pm 1.1$  dpm Mg bedraagt. De resultaten zoals deze op verschillende dagen werden gevonden zijn weergegeven in tabel 2.

Lab.nr.	Mg-oud	Mg-MgO-wafer	Mg-A-A	Opmerkingen
		11 x verdund	220 x verdund	
Pg	dpm	dpm	dpm	
10088	$\pm 365$	317	380	$\pm$ wil zeggen deze gehalten liggen boven de hoogste standaard en zijn derhalve ook niet in de correlaties opgenomen.
10089	176	157	170	
10090	110	92	104	
10091	122	102	113	
10092	130	94	116	
10093	94	81	108	
10094	141	122	134	
10095	169	132	154	
10096	106	90	100	
10097	48	48	52	
10098	35	35	42	
10099	36	24	44	
10100	40	29	50	
10101	61	43	64	
10102	24	21	34	
10103	31	35	33	
10104	28	21	34	
10105	129	114	122	
10106	35	27	38	
10107	64	65	57	
10108	$\pm 272$	237	224	
10109	156	153	136	
10110	$\pm 282$	254	261	

10111	± 262	254	267	
10112	± 418	399	419	
10114	± 326	298	324	
10115	108	122	114	
10116	± 226	210	204	
gemiddeld	143	119	139	Van alle waarnemingen
gemiddeld	88	76	87	van waarnemingen
				zonder ± in de eerst
				kolom.

tabel 2.

De uitkomsten in tabel 2 zijn verwerkt in:

figuur 1: geeft het verband tussen Mg-A-A (X) en Mg-oud (Y) dit werd gevonden als  $Y = 1.14 X - 11$  waarbij  $r = 0.991$

figuur 2: geeft het verband tussen Mg-MgO (X) en Mg-oud (Y) dit werd gevonden als  $Y = 1.09 X + 5$  waarbij  $r = 0.974$ .

Hieruit blijkt dus dat de Mg-bepaling m.b.v. de Techtron A-A-5 iets betere overeenstemming geeft met de Mg-oudmethode dan de MgO-watermethode. Hierbij dient het volgende te worden opgemerkt:

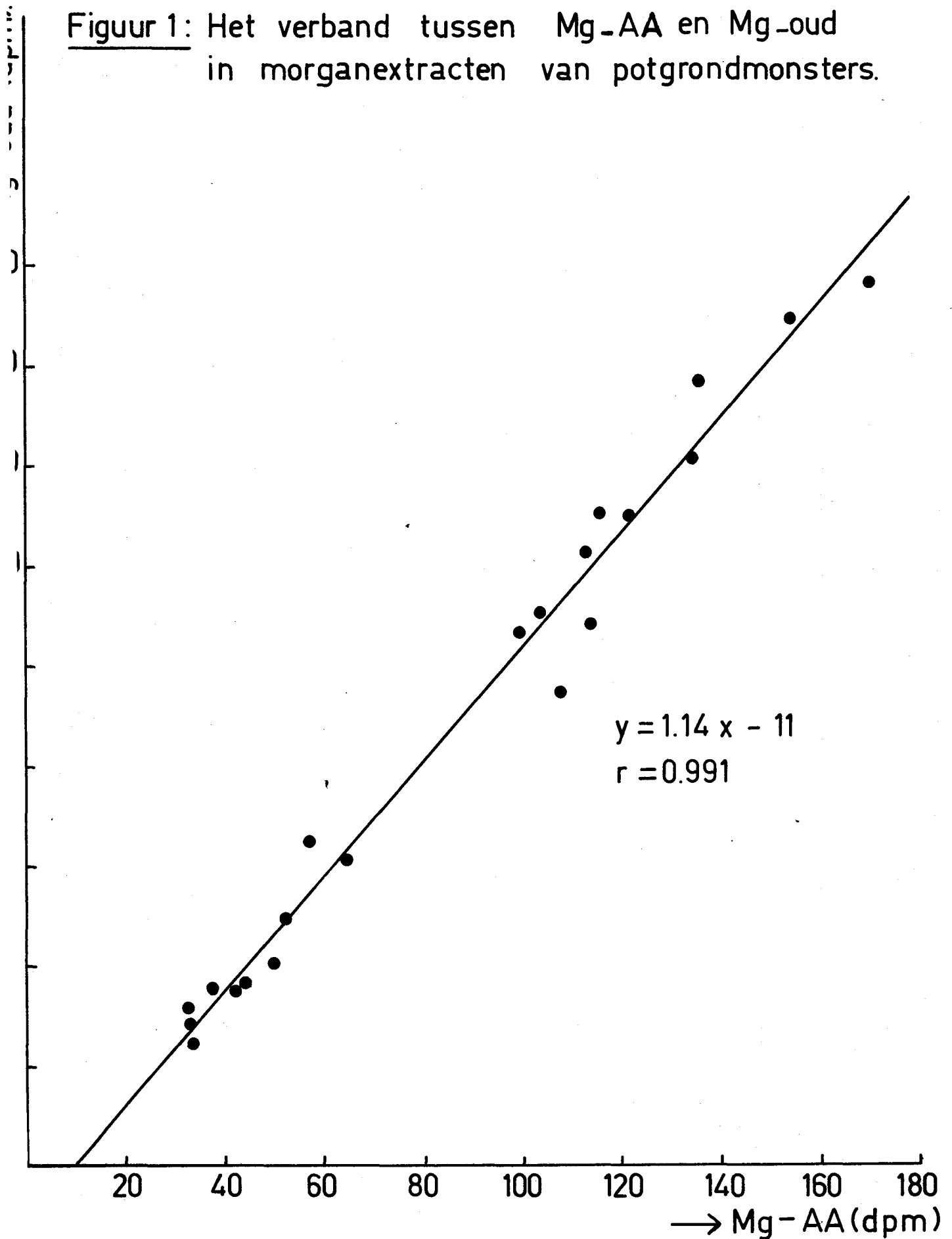
- 1e bij de methode met de A-A-5 is nog geen onderzoek verricht naar de storingen van o.a. aluminium en silicaat welke een negatieve invloed kunnen hebben op de absorptie van magnesium lit.1.
- 2e De zeer grote verdunning zal echter reeds een deel van de storings-effecten opheffen.
- 3e De mogelijkheid om deze grote verdunningen te vermijden en daarmee de aanzienlijke verdunningsfouten zijn aanwezig door een minder gevoelige absorptielijn of branderstand te kiezen. Echter dit zal weer als nadeel hebben dat de afleesnauwkeurigheid afneemt met minstens een factor ± 20.

Note: Het voorschrift wat gevolgd werd bij de Mg-A-A methode is in dit verslag als bijlage 3 opgenomen.

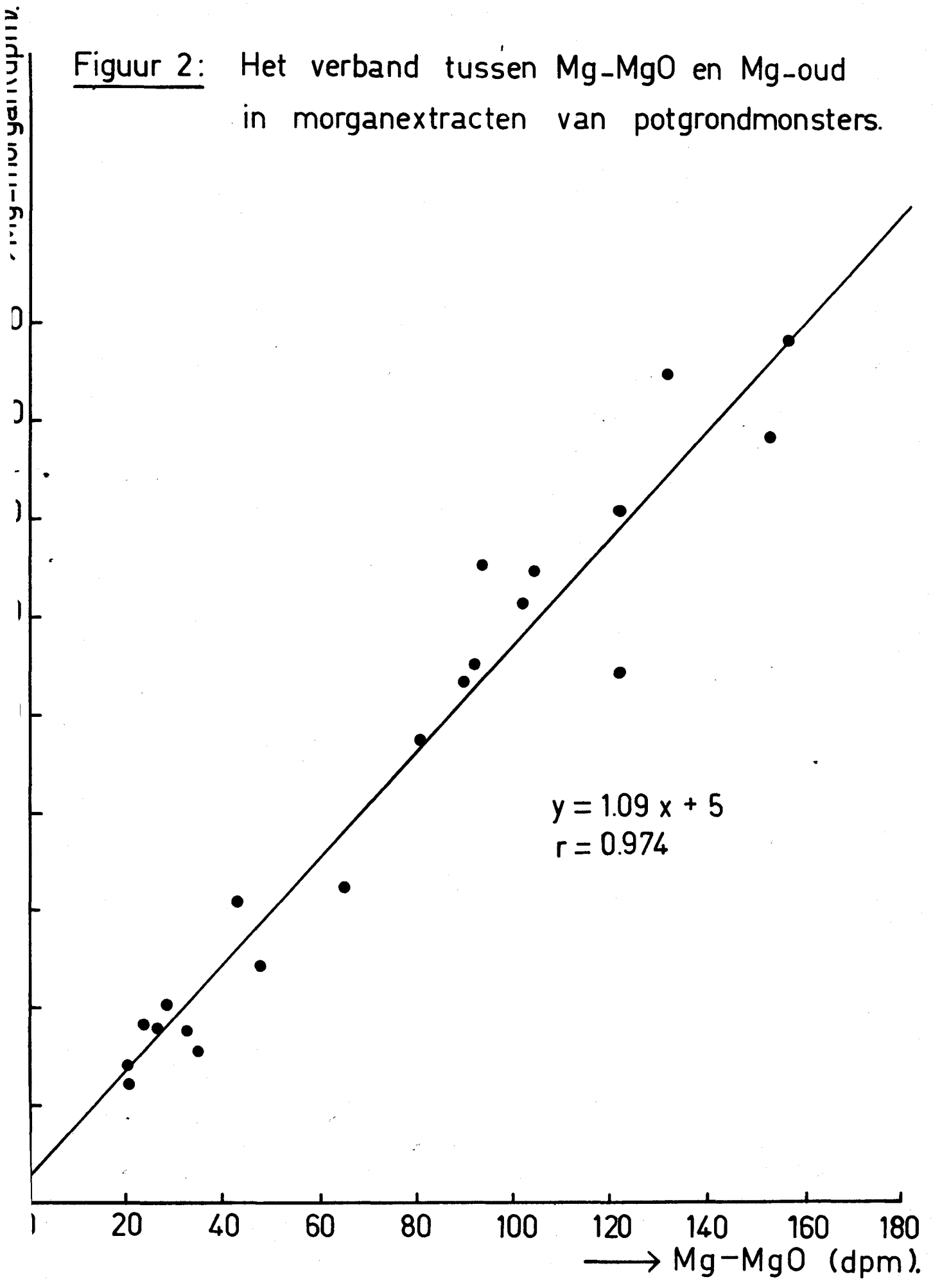
#### Conclusie:

In voorkomende gevallen kan magnesium uit potgrond geëxtraheerd worden met morgan en vervolgens het best geanalyseerd m.b.v. de Techtron A-A-5 atoomabsorptie-spektrofotometer na een 220 voudige verdunning met ged.water.

Figuur 1: Het verband tussen Mg-AA en Mg-oud in morganextracten van potgrondmonsters.



Figuur 2: Het verband tussen Mg-MgO en Mg-oud in morganextracten van potgrondmonsters.





### Mest.

Gesteund door de redelijk goede resultaten welke bij het potgrond-onderzoek werden verkregen bij de methode n.b.v. A-A werd ook voor het mestonderzoek nagegaan of deze methode toepassing kan vinden. Voorheen werd de magnesiumbepaling bij het mestonderzoek uitgevoerd volgens het voorschrift in bijlage 4.

Aan de hand van reeds gemaakte Mg-analyses werd vastgesteld, dat veel monsters tot 0.5 % MgO bevatten en sommigen zelfs meer.

In eerste aanleg werden de extracten 100 x verdund met ged.vater.

Hierin werd Mg bepaald volgens het voorschrift in (bijlage 5).

De resultaten hiervan en die welke volgens het oude voorschrift werden verkregen worden vergeleken in tabel 3.

Lab.nr.	Mg-A-A			Mg-oud		
	% MgO in l.d. mest			% MgO in l.d. mest		
Mest	enkv.	duplo	gem.	enkv.	duplo	gem.
772	0.01	0.02	0.0	0.00	0.00	0.0
773	0.02	0.02	0.0	0.00	0.00	0.0
774	0.16	0.16	0.2	0.16	0.16	0.2
775	0.45	0.45	0.4	0.31	0.40	0.4
776	0.61	0.60	0.6	0.53	0.63	0.6
777	0.56	0.57	0.6	0.56	0.61	0.6
778	0.60	0.65	0.6	0.56	0.64	0.6
779	0.86	0.82	0.8	0.54	0.68	0.6
780	0.51	0.48	0.5	0.56	0.61	0.6

tabel 3.

Uit tabel 3 blijkt de goede overeenstemming tussen beide methoden. Opmerkelijk is ook de betere duplicerbaarheid welke uit dit steekproefje blijkt. Voor deze steekproef werd de standaardafwijking berekend uit de spreidingsbreedten (lit.2):

$$\text{Mg-A-A : } S^2 = 2.94 \times 10^{-4} \quad S = 0.02 \% \text{ MgO}$$

$$\text{Mg-oud : } S^2 = 27.3 \times 10^{-4} \quad S = 0.05 \% \text{ MgO}$$

### Conclusie:

De magnesiumbepaling in mestmonsters kan met goede resultaten worden uitgevoerd n.b.v. de Techtron A-A-5 atoomabsorptie-spektrofotometer. Daarom wordt deze methode ingevoerd per 1-2-'71.

**Samenvatting:**

De bruikbaarheid van de Techtrom A-A-5 voor de magnesiumbepaling in  
norganextracten van potgrond- en mestmonsters werd nagegaan.

Voorschriften hiervoor werden opgesteld.

De bepaling van magnesium in mestmonsters zal per ingang van 1-2-'71  
worden uitgevoerd volgens het voorschrift n.b.v. A-A.

**Literatuur:**

- 1) The preparation of agricultural samples for analysis  
by atomic absorption spectroscopy.  
by J.E. Allen.
- 2) Compendium foutenanalyse  
Uitgave D.A.C.

januari 1971.  
S.S. de Bes.

MAGNESIUM BEPALING.

Apparatuur:

- potjes, 175 ml; 100 ml en 10 ml.  
trechters, polyaethyleen,  $\emptyset$  15 cm,  $\emptyset$  9 cm.  
filtreerpapier, G. Schut en Zonen, V 257,  $\emptyset$  18.5 cm.  
schudmachine, slaglengte 5.8 cm, 160 t.p.m., voorzien van een  
uurwerkschakelaar.  
colorimeter, Kipp, voorzien van aftapcuvet ca. 10 mm  $\emptyset$   
en interferentie-filter 530 nm.  
doseerapparaat, zelfbouw grond-lab. waarmee reagens automatisch  
gedoseerd wordt.

Reagentia:

- morganoplossing, 0.50 n; pH 4.80:  
Vul een 10 liter fles voor 3/4 met gedemineraliseerd water.  
Voeg toe 1 kg natriumacetaat,  $\text{CH}_3\text{COONa}$ , 3  $\text{H}_2\text{O}$  chem.z. en 300 ml  
azijnzuur 99-100 %, joodgetal vlg. Wys, chem.z. Roeren met een  
grote roerstaaf totdat alles is opgelost, daarna aanvullen tot  
de streep met gedemineraliseerd water. pH meten.
- thiazolgeel; 0.10 %; p.a.:  
0.10 g thiazolgeel "Baker" oplossen in 100 ml gedemineraliseerd  
water.
- nymcel, 0.5 %; chem.z.:  
0.5 g nymcel onder roeren en fijnwrijven met kleine porties  
kokend gedemineraliseerd water tot totaal 100 ml vermengen.  
Doorkoken tot alles is opgelost. Afkoelen. De oplossing moet  
vrij van vezeltjes zijn.
- mangaanoplossing; 100 dpm:  
0,21 g mangaansulfaat 4  $\text{H}_2\text{O}$  oplossen en aanvullen met morgan-  
oplossing tot 0.5 l. of 0,16 g mangaansulfaat 1  $\text{H}_2\text{O}$ .
- mengreagens:  
Deze oplossing direct voor het gebruik maken.  
340 ml morganoplossing; 50 ml nymcel 0.5 %; 150 ml glycerine,  
s.g. 1.23, chem.z.; 80 ml thiazolgeel 0.10 % en 32 ml mangaan-  
oplossing 100 dpm; goed mengen.

natronloog, NaOH; 2.5 n; chem.z.:

450 ml natronloog, 30-33 %, chem.z. mengen met 1550 ml gdem.water of 85 g natriumhydroxyde oplossen in 850 ml gdem.water.

hoofdstandaardoplossing, 200 dpm magnesium:

1.7624 g magnesium-acetaat,  $(C_2H_3O_2)_2 Mg \cdot 4 H_2O$ , p.a., oplossen en aanvullen met morganoplossing tot 1.0 l.

Deze oplossing bewaren in een polyaethyleen fles.

standaardoplossing:

10 dpm magnesium; 5.0 ml van de hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 100.0 ml met morganoplossing en bewaren in een polyaethyleen fles.

20 dpm magnesium;	10,0 ml	idem
40 dpm magnesium;	20,0 ml	idem
60 dpm magnesium;	30,0 ml	idem
80 dpm magnesium;	40,0 ml	idem
100 dpm magnesium;	50,0 ml	idem
120 dpm magnesium;	60,0 ml	idem
150 dpm magnesium;	75,0 ml	idem
170 dpm magnesium;	85,0 ml	idem
200 dpm magnesium;	100,0 ml	idem

Uitvoering van de analyse:

Luchtdroge en gemalen grond en morganoplossing in de verhouding van 1 gram: 2.5 ml brengen in een pot van 175 ml. Het mengsel gedurende 30 minuten krachtig mechanisch schudden. Hierna affiltreren over filter V 257,  $\phi$  185 mm- Ook alle grond op het filter brengen. Van het filtraat, opvangen in een potje van 100 ml, 0.2 ml afpipetteren in een potje van 10 ml. Zie voor het gebruik en onderhoud van half automatische pipetten het voorschrift: Pipetten. Van de standaardoplossingen, beginnende met de laagste concentratie, drie keer pipetteren. De eerste hoeveelheid wegwerpen; de andere hoeveelheden dienen voor het samenstellen van twee standaardreeksen.

Aan de filtraten en standaarden toevoegen: (zie opmerking) 4.0 ml mengreagens, daarna goed mengen; 2.0 ml natronloog 2.5 n. De flesjes afsluiten en mengen door ze over de kop te schudden.

Zie voor het gebruik en onderhoud van de automatische doseeropstelling het voorschrift: Pipetten. Bovendien blijkt het noodzakelijk na het vullen van de doseerflessen de gehele inhoud versneld uit de klep te laten lopen, opvangen en daarna de fles er weer mee te vullen. Doseerfles, slangen en klep zijn nu met een homogene vloeistof gevuld.

Na 1 uur de kleurintensiteit bepalen met de colorimeter.

Zie: opmerking en het voorschrift; Meetmethodiek met de Kipp colorimeter. Metingen t.o.v. een blanco met reagentia, in aftapcuvet van ca. 10 mm  $\emptyset$ , bij filter 530 nm. Extinctiewaarden opgeven in twee decimalen.

Opmerking.

Zowel bij het doseren (pipetteren) van de beide oplossingen als bij het meten van de kleurintensiteit beginnen met de eerste standaardreeks, daarna de monsters en tenslotte de tweede standaardreeks in bewerking nemen.

Berekening van de uitkomsten.

De via de standaardcurve verkregen resultaten staan direct in dpm magnesium in het 1:2,5 extract. Resultaten in hele getallen opgeven.

MAGENSIUM BEPALING.

Apparatuur:

potjes, 175 ml en 10 ml.

trechters, polyaethyleen,  $\phi$  15 cm.

filtreerpapier, G. Schut en Zonen, V.F. 215,  $\phi$  24 cm.

colorimeter.

schudmachine, slaglengte 5,8 cm en 160 t.p.m. voorzien van een uurwerkschakelaar.

doseerapparaat, zelfbouw grond-lab, waarmee reagens automatisch gedoseerd wordt.

Reagentia:

zoutzuur, HCl; 38 %; p.a.

zoutzuur, HCl; 2 n; p.a.:

160 ml 38 % zoutzuur aanvullen tot 1.0 l met gedemineraliseerd water.

kaliumhydroxyde, KOH; 6 n; p.a.:

337 g kaliumhydroxyde oplossen in en aanvullen met gedemineraliseerd water tot 1.0 l.

mangaansulfaatoplossing,  $MnSO_4 \cdot H_2O$ ; p.a.:

1,54 g mangaansulfaat oplossen in 100 ml gedemineraliseerd water.

aluminiumchlorideoplossing,  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$ ; p.a.:

2,24 g aluminiumchloride oplossen in 100 ml gedemineraliseerd water.

compensatieoplossing:

Los op 25 g aethyleenglykol- bis (2- aminoaetyl) -

$N,N,N',N'$  tetra-acetaat (EGTA- purum) in zo weinig mogelijk

KOH 6n (ca. 28 ml) en neutraliseer m.b.v. een pH meter met

HCl 2n. Voeg in deze volgorde toe: 50 ml triaethanolamine,

10 ml mangaansulfaatoplossing, 10 ml aluminiumchlorideoplossing

en 37,5 ml standaardoplossing Mg 100 dpm. Breng vervolgens op

1000 ml met gedemineraliseerd water.

thiazolgeel, 0,4 %; p.a.:

2,0 g thiazolgeel "Baker" oplossen in 500 ml gedemineraliseerd water. Bewaren in bruine fles.

polyvinylalcohol, 1 %; p.a.:

1 g polyvinylalcohol "B.D.H." met kleine porties kokend gedemine-  
raliseerd water tot totaal 100 ml vermengen. Doorkoken tot alles  
is opgelost. De oplossing bewaren in een koelkast.

kaliumbifosfaat,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ; 1.75 %; p.a.:

8.75 g kaliumbifosfaat oplossen in 500 ml gedemineraleerd water.

thiazolgeeloplossing:

Voeg toe aan 2 delen thiazolgeel 0.40 %, 1 deel polyvinylalcohol  
1 %, 5 delen kaliumbifosfaat 1.75 %, 2 delen gedemineraleerd  
water en 10 delen glycerine, s.g. 1.23, chem.z.

Deze oplossing is 1 dag houdbaar.

mengoplossing:

Meng 1 deel compensatieoplossing met 1 deel thiazolgeeloplossing  
en 1.5 deel gedemineraleerd water.

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

450 ml natronloog, 30-33 %, chem.z. mengen met 1550 ml gedemine-  
raliseerd water.

hoofdstandaardoplossing, 100 dpm magnesium:

1,0136 g magnesiumsulfaat,  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , p.a., of 0,4950 g magnesium-  
sulfaat,  $\text{MgSO}_4$ , p.a. (gedurende tenminste 1 uur  $\text{Mg} \cdot \text{SO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  drogen  
bij  $700^\circ\text{C}$ .) oplossen in en aanvullen met gedemineraleerd water  
tot 1,0 liter. De oplossing bewaren in een polyaethyleen fles.

De oplossing stellen op complexon 0,01 n.

Pipetteer 15,0 ml van de oplossing in een erlenmeyer van 100 ml.

Breng het volume op 25 ml met gedemineraleerd water. Blanco

bepaling meenemen. Voeg toe 10 druppels ammoniakbuffer en 3 druppels  
eriochroomzwart T. Titreer tot de kleuromslag van rood naar zuiver-  
blauw. Het gehalte bedraagt:

$$(V_t - V_o) \times t \times \frac{24.31}{2} \times \frac{1000}{15} \text{ mg.}$$

$(V_t - V_o)$  = ml getitreerd - blanco

t = titer complexon.



standaardoplossingen:

0 dpm magnesium;	0,0 ml	van de hoofdstandaardoplossing afpipet- teren en aanvullen met gedemineraliseerd water tot 100,0 ml. Bewaren in een polyaethyleen fles.
2 dpm magnesium;	2,0 ml	idem
5 dpm magnesium;	5,0 ml	idem
10 dpm magnesium;	10,0 ml	idem
20 dpm magnesium;	20,0 ml	idem
30 dpm magnesium;	30,0 ml	idem
40 dpm magnesium;	40,0 ml	idem

Uitvoering van de analyse:

Luchtdroge en gemalen grond en gedemineraliseerd water in de verhouding van 1 gram : 5 ml. (Beide hoeveelheden op 1 % nauwkeurig) brengen in een pot van 175 ml. Het mengsel goed omzwenken en gedurende 15 minuten krachtig mechanisch schudden. Hierna filtreren over Schut V.F. 215 (ook alle grond op het filter brengen).

Van het filtraat, opgevangen in een pot van 175 ml, en van de standaardoplossingen 0,5 ml pipetteren met een half automatische pipet. Zie voor het gebruik en onderzoek van half automatische pipetten het voorschrift: Pipetten.

Van de standaardoplossingen, beginnende met de laagste concentratie, drie maal pipetteren. De eerste hoeveelheid wegwerpen; de andere hoeveelheden dienen voor het samenstellen van twee standaardreeksen. Aan de filtraten en standaarden toevoegen: (zie opmerking) 3,5 ml mengoplossing, daarna goed mengen en 2,0 ml natronloog 2,5 n. De flesjes afsluiten en mengen door ze over de kop te schudden. Zie voor het gebruik en onderhoud van de automatische doseeropstelling het voorschrift; Pipetten. Bovendien blijkt het noodzakelijk na het vullen van de doseerflessen de gehele inhoud versneld uit de klep te laten lopen, opvangen en daarna de fles er weer mee vullen. Doseerfles, slangen en klep zijn nu met een homogene vloeistof gevuld. Na 1 uur de kleurintensiteit bepalen met de colorimeter. Metingen t.o.v. standaard 0 dpm, in een cuvet van ca. 10 mm  $\phi$ , bij 550 nm. De kleur is tenminste 3 uur constant.

Opmerking.

Zowel bij het doseren (pipetteren) van de beide oplossingen als bij het meten van de kleurintensiteit beginnen met de eerste standaardreeks, daarna de monsters en tenslotte de tweede standaardreeks in bewerking nemen.

Berekening van de uitkomsten:

De standaardreeks komt overeen met 0,0 - 1,7 - 4,1 - 8,3 - 16,6 - 24,9 en 33,2 mg MgO / 100 g luchtdroge grond (dpm x  $\frac{1 \times 40.31}{2 \times 24.31}$ ).

De via deze standaardcurve verkregen resultaten staan direct in mg MgO per 100 g luchtdroge grond. Resultaten met een decimaal opgeven

MAGNESIUM BEPALING.

Apparatuur:

potjes, 175 ml; 100 ml.  
trechters, polyethyleen,  $\phi$  ca. 10 cm.  
filtreerpapier, G. Schut en Zonen; V 257,  $\phi$  18.5 cm.  
schudmachine, G.F.L.; roterend; voorzien van uurwerkschakelaar.  
maatkolven, 100 ml.  
atoomabsorptiespektrofotometer, Varian-Techtron A-A-5.

Reagentia:

morganoplossing, 0.50 n; pH 4.80:

Vul een 10 liter fles voor  $\frac{3}{4}$  deel met ged.water. Voeg toe 1 kg natriumacetaat,  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  chem.zvr. en 300 ml azijnzuur 99-100 %, joodgetal volgens Wijs, p.a. Roeren met een grote roerstaaf totdat alles is opgelost, daarna aanvullen tot 10 liter met ged.water. pH meten!

hoofdstandaardoplossing, 200 dpm magnesium:

1.7624 g magnesiumacetaat,  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mg} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  p.a. oplossen tot 1.0 liter met morganoplossing.

Deze oplossing controleren door een standaard te bereiden  $< 1.0$  dpm Mg en deze te vergelijken t.o.v. oude standaardreeks m.b.v. Techtron A-A-5.

tussenstandaardoplossing, 10 dpm magnesium;

5.0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 100.0 ml met ged.water.

standaardreeks, 0-1.0 dpm magnesium,

0 dpm magnesium - 0 ml tussenstandaard aanvullen tot 100.0 ml met ged.water.

0.2 dpm magnesium	2.0 ml	idem
0.4 dpm magnesium	4.0 ml	idem
0.6 dpm magnesium	6.0 ml	idem
0.8 dpm magnesium	8.0 ml	idem
1.0 dpm magnesium	10.0 ml	idem

Uitvoering van de analyse:

Luchtdroge en gemalen potgrond en morganoplossing in de verhouding van 1 gram : 10 ml brengen in een pot van 175 ml.

Het mengsel gedurende 30 minuten krachtig mechanisch schudden op G.F.L. roterende schudmachine(stand  $\pm$  60).

Hierna affiltreren over filter V 257,  $\phi$  18.5 cm. Alle grond op het filter brengen. Het filtraat opvangen in potjes van 100 ml. Verdun 220 x met ged.water (1:10 m.b.v. volume 10.0 ml; daarna van deze verdunning 5.0 ml aanvullen tot 100.0 ml met ged.water). In deze verdunning rechtstreeks Mg bepalen m.b.v. van Techtron A-A-5.

**Instelling:**

lampcurrent: 3 mA

golflengte:  $\pm 2852 \text{ \AA}$

spleetbreedte: ca. 50  $\mu\text{m}$   $\pm 1.7 \text{ \AA}$

lucht: toevoer 2 atm, op gas-control-unit ca. 20 p.s.i.

acetyleen: toevoer 0.7 atm, op flowmeter "3"

Zoek alvorens te gaan meten de volgende optimale condities: stand van de holle kathodelamp: gevoeligste golflengte; juiste stand van de brander en controleer de gastoevoer op gevoeligheid (acetyleen).

Meet vervolgens eerst de standaardreeks, daarna de monsters en tenslotte opnieuw de standaardreeks.

Eventueel extra verdunning uitvoeren met ged.water als verdunningsvloeistof.

Berekening:

Verkregen resultaten via de ijkcurve staan in dpm Mg in het extract  
dus: aflezing x totale verdunningsfactor = dpm Mg in het 1:10  
morganextract."

BEPALINGSMETHODE VOOR MAGNESIUM BEPALING IN VASTE EN VLOEIBARE MEST.

Vaste mest.

Magnesium:

Extractiemiddel is morgan; inzetverhouding 1:100; 1.000 gram inwegen (Mettler) en 100 ml morgan toevoegen met maatcilinder; 30 minuten schudden. In het extract wordt magnesium bepaald als in het grondextract.

Berekening:  $\text{dpm Mg} \times \frac{\text{MgO}}{\text{Mg}} \times \frac{10}{1000} \times \frac{A}{B} = \text{dpm Mg} \times 0.0165 \times \frac{A}{B} = \% \text{ MgO}$

in het vochtig materiaal: cijfers opgeven in 1 decimaal

waarin A = % droge stof in vochtig materiaal

B = % droge stof in luchtdroog materiaal

Vloeibare mest.

De monsters goed omroeren.

Voor de bepaling wordt uitgegaan van het vloeibare materiaal waarin ook de gehalten worden uitgedrukt.

Magnesium:

zie de bepalingmethode in vaste mest.

1 g vloeibare mest inwegen; bij de berekening de factor  $\frac{A}{B}$  weglaten.

MAGNESIUM BEPALING.

Apparatuur:

potjes, 175 ml; 100 ml  
trechters, polyethyleen,  $\phi$  ca. 10 cm.  
filtreerpapier, G. Schut en Zonen; V 257,  $\phi$  18.5 cm.  
schudmachine, G.F.L.; roterend; voorzien van uurwerkschakelaar.  
maatkolven, 100 ml; 200 ml.  
atoomabsorptie-spektrofotometer; Varian-Techtron A-A-5.

Reagentia:

morganoplossing, 0.50 n; pH 4.80:

Vul een 10 liter fles voor  $\frac{3}{4}$  deel met ged.water. Voeg toe 1 kg natriumacetaat,  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$  chem.zvr. en 300 ml azijnzuur 99-100 %, joodgetal volgens Wijs, p.a. Roeren met grote roerstaaf totdat alles is opgelost, daarna aanvullen tot 10 liter met ged.water. pH meten!

hoofdstandaardoplossing, 200 dpm magnesium:

1.7624 g magnesiumacetaat,  $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mg} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$  p.a. oplossen tot 1.0 liter met morganoplossing. Deze oplossing controleren door een standaard te bereiden  $< 1.0$  dpm Mg en deze te vergelijken t.o.v. vorige standaardreeks m.b.v. Techtron A-A-5.

tussenstandaardoplossing; 10 dpm magnesium:

5.0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 100.0 ml met ged.water.

standaardreeks, 0-10 dpm magnesium:

0 dpm magnesium -	0 ml	tussenstandaard aanvullen tot
		100.0 ml met ged.water.
0.2 dpm magnesium -	2.0 ml	idem
0.4 dpm magnesium -	4.0 ml	idem
0.6 dpm magnesium -	6.0 ml	idem
0.8 dpm magnesium -	8.0 ml	idem
1.0 dpm magneesium -	10.0 ml	idem

Uitvoering van de analyse:

Luchtdroge en gemalen mest (of vloeibare mest) en morganoplossing in de verhouding van 1 gram:100 ml brengen in een pot van 175 ml. Het mengsel gedurende 30 minuten krachtig mechanisch schudden op G.F.L. roterende schudmachine (stand  $\pm 60$ ).

Hierna affiltreren over filter V 257,  $\phi$  18.5 cm. Het filtraat opvangen in potjes van 100 ml.

Verdun 50 x of 100 x met ged.water door 2.0 ml extract aan te vullen tot resp. 100.0 ml en 200.0 ml met ged.water.

In deze verdunningen rechtstreeks Mg bepalen m.b.v. Techtron A-A-5.

**Instelling:**

lampcurrent : 3 mA

golflengte :  $\pm 2852 \text{ \AA}$

spleetbreedte:  $50 \text{ \mu m} \sim \pm 1.7 \text{ \AA}$

lucht : toevoer 2 atm, op gas-control-unit ca. 20 lbs.

acetyleen : toevoer 0.7 atm, op flowmeter "3" p.s.i.

Zoek alvorens te gaan meten de volgende optimale condities: stand van de holle kathodelamp; gevoeligste golflengte; juiste stand van de brander en controleer de gastoevoer op gevoeligheid (acetyleen).

Meet vervolgens eerst de standaardreeks, daarna de monsters en tenslotte opnieuw de standaardreeks.

**Berekening:**

Verkregen resultaten via de ijkcurve staan in dpm Mg in het extract dus:

$$\text{aflezing} \times \text{totale verdunningsfactor} \times \frac{\text{MgO}}{\text{Mg}} \times \frac{1}{100} \times \frac{A}{B} = \% \text{ MgO}$$
$$\text{of aflezing} \times \text{totale verdunningsfactor} \times 0.0165 \times \frac{A}{B} = \% \text{ MgO}$$

in het vochtig materiaal: cijfers opgeven in 1 decimaal.

N.B. voor vloeibare mest de factor  $\frac{A}{B}$  weglaten

nl. A = % droge stof in vochtig materiaal

B = % droge stof in luchtdroog materiaal.