

dh

PROEFSTATION VOOR TUINBOUW
ONDER GLAS TE NAALDWIJK

Bibliotheek
Proefstation
Naaldwijk

A
2
W
80

PROEFSTATION VOOR TUINBOUW ONDER GLAS TE NAALDWIJK

ELEX 6361 VLAMFOTOMETER.

W.R. van de Woestijne
C.W. van Elderen

juli 1991

Intern verslag nr 23

2243280

A
2
W
80

INHOUDSOPGAVE

Pagina

1.	Inleiding.	1
2.	Onderzoek en Resultaten.	2
2.1.	Ontwikkeling methode AES voor Na, K, Ca en Mg.	2
2.2.	Vergelijk Elex 6361 versus PE 5000.	3
3.	Conclusies en discussie.	4
	Literatuur.	5
	Bijlage 1.	
	Bijlage 2.	

1. INLEIDING.

De natrium- en kalium-bepalingen via Atomaire Emissie Spectrofotometrie vonden tot voor kort plaats op de PE 5000 Atomaire Absorptie Spectrofotometer. Om het grote aantal metingen op de PE 5000 te verminderen is de Eppendorf Elex 6361 vlamfotometer aangeschaft. De Elex 6361 is speciaal ontwikkeld voor emissie-metingen. Met dit apparaat is het mogelijk om de elementen natrium, kalium, calcium en magnesium te bepalen. De vlamfotometer kan deze vier elementen in principe gelijktijdig bepalen. Een ander groot voordeel van de Elex 6361 is het grote dynamisch concentratiebereik - dit loopt van enkele mg/l tot circa 1000 mg/l voor elk element. Hierdoor zou het mogelijk kunnen zijn om de metingen uit te voeren zonder de monsteroplossingen te verdunnen.

Opzet was een methode te ontwikkelen waarbij geen verdunningen van - of toevoegingen aan - de monsteroplossingen gedaan moeten worden en de elementen natrium, kalium, calcium en magnesium gelijktijdig bepaald kunnen worden.

De te ontwikkelen methode voor de Elex 6361 te vergelijken met de bestaande methodes voor de bepalingen van natrium, kalium, calcium en magnesium op de PE 5000. Dit vergelijkend onderzoek uit te voeren met gewasdestruaten waarbij de monsters een zo groot mogelijk deel van het concentratietrajekt van het normale monsteraanbod omvatten.

2. ONDERZOEK EN RESULTATEN.

2.1. Ontwikkeling methode AES voor Na, K, Ca en Mg.

Gestart is met de ontwikkeling van een methode voor de bepaling van natrium, kalium, calcium en magnesium in gewasdestruaten. Hierbij is uitgegaan van de volgende punten - geen verdunning van de destruaten, geen toevoegingen aan de destruaten, één ijklijn voor alle elementen en met één meting alle vier de elementen bepalen.

Rekening houdend met de bovenste bepalingsgrens van circa 1000 mg/l voor alle elementen en met de mogelijke gehalten in de gewasdestruaten, heeft dit geresulteerd in een mengstandaard van 1000 mg/l natrium, 3000 mg/l magnesium, 5000 mg/l calcium en 7500 mg/l kalium. Met deze mengstandaard is een ijklijn bereid zoals vermeld in tabel 1.

Tabel 1. Ijklijn voor bepalingen van natrium, kalium, calcium en magnesium op de Elex 6361. De concentratie van de elementen is uitgedrukt in mg/l.

	St L	St 1	St 2	St 3	St 4	St 5	St H	St 6
ml's mengst. per 100.0 ml element	0,0	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Natrium	0	5	10	20	40	60	80	100
Magnesium	0	15	30	60	120	180	240	300
Calcium	0	25	50	100	200	300	400	500
Kalium	0	37,5	75	150	300	450	600	750

Na het invoeren van de methode en ijklijnen in de Elex 6361 is de methode kort getest en zijn de versterkingsfactoren (gain) per element door de Elex 6361 berekend. Deze versterkingsfactoren moeten zo klein mogelijk zijn, bij voorkeur kleiner dan 10, om de elementen voldoende nauwkeurig te bepalen. De door de Elex 6361 berekende versterkingsfactoren staan vermeld in tabel 2.

Tabel 2. Versterkingsfactoren voor de te bepalen elementen op de Elex.

element	versterkingsfactor
Na	2,063
K	1,026
Ca	1,000
Mg	682,7

Uit tabel 2 blijkt dat de gevoeligheid voor magnesium veel te laag is. Hetgeen ook naar voren komt uit de eerste metingen van de gewasdestruaten (bijlage 2), de magnesiumgehalten gemeten met de Elex 6361 verschillen zeer veel van die van de PE 5000, zelfs de duplowaarnemingen gemeten op de Elex 6361 verschillen zeer veel. De andere elementen zijn wel goed te bepalen. Hiervoor zijn dan ook voorschriften opgesteld (bijlage 1), eerst voor de gewasdestruaten verkregen na de destructie volgens Schaumlöffel en later voor de destruaten verkregen na de microgolfdestructie.

2.2. Vergelijk Elex 6361 versus PE 5000.

Voor de vergelijking van de Elex 6361 met de PE 5000 is gebruik gemaakt van de op dat moment voor handen zijnde gewasdestruaten. Deze monsters geven een globale weergave van de meest voorkomende monsters die door het chemisch laboratorium geanalyseerd worden. De vergelijking is gemaakt door in de gewasdestruaten natrium, kalium, calcium en in eerste instantie ook magnesium te bepalen op de Elex 6361 en op de PE 5000. Van deze metingen is per element de lineaire regressie tussen beide analysemethodes berekend. De resultaten van de waarnemingen, de regressieberekening en grafische weergave staan vermeld in bijlage 2. Uit de resultaten van de lineaire regressie berekening blijkt dat de analyseresultaten verkregen met de Elex 6361 een zeer goede overeenkomst vertonen met analyseresultaten verkregen met de PE 5000.

3. Conclusies en discussie.

De ontwikkelde methode voor de gelijktijdige bepaling van natrium, kalium en calcium in gewasdestruaten voldoet goed, zoals gebleken is bij het uitgevoerde vergelijkingsonderzoek. Deze gelijktijdige bepaling zonder verdunning van natrium, kalium en calcium op de Elex 6361 geeft een grote tijdwinst ten opzichte van de drie aparte bepalingen met verschillende ijklijnen en verdunningen op de PE 5000. Magnesium is niet te bepalen met de Elex 6361, vanwege de te lage gevoeligheid. Het is aan te bevelen het magnesiumfilter te vervangen voor een ander filter (Cs, Ba, Li), met een voldoende hoge gevoeligheid. Tevens zijn er voorschriften opgesteld voor de bepalingen van natrium, kalium en calcium in waterige oplossingen.

Literatuur.

- Instruction Manual Eppendorf Elex 6361 Flame Photometer, october 1986.
- Woestijne, W.R. van de, Voorschriftenbundel Analyse-methoden Gedroogd Gewas, augustus 1990.

Bijlage 1. Voorschriften voor de bepalingen van natrium, kalium en calcium op de Elex 6361.

3.04. CALCIUMBEPALING IN GEWAS

3.04.1. Onderwerp.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het calciumgehalte van gedroogd gewas met behulp van Atomaire Emissie Spectrofotometrie.

3.04.2. Toepassing.

Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten gedroogde gewasmonsters. In het algemeen kunnen calciumgehalten vanaf 10 mmol/kg luchtdroog gewas bepaald worden.

3.04.3. Principe.

Door ontsluiting van het gewasmonster volgens de Schaumlöffelmethode wordt calcium in oplossing gebracht. Calcium wordt bepaald door middel van Atomaire Emissie Spectrofotometrie bij een golflengte van 622 nm, als excitatiebron wordt een oxiderende acetyleen-lucht vlam toegepast.

3.04.4. Reagentia.

Zwavelzuur, 2 mol/l.

- voeg 112 ml zwavelzuur 96 % geconcentreerd pa. toe aan 600 ml water, goed mengen, af laten koelen en aanvullen tot 1 liter met water.

Zwavelzuur, 0,04 mol/l.

- verdun 20 ml 2 mol/l zwavelzuur tot 1 liter met water.

Zoutzuur, 4 mol/l.

- verdun 320 ml zoutzuur 37 % geconcentreerd pa. tot 1 liter met water.

Mengstandaardoplossing : - 7500 mg/l K
- 1000 mg/l Na
- 5000 mg/l Ca

- weeg nauwkeurig af : 14,2999 g kaliumchloride pa., 2,5420 g natriumchloride pa. en 12,4863 g calciumcarbonaat pa. (de zouten eerst 2 uur drogen bij 105^o Celcius), los de kalium- en natriumchloride op in ca. 250 ml water en spoel over in een maatkolf van 1 liter. Los de calciumcarbonaat op in 25 ml 4 mol/l zoutzuur, spoel over in de maatkolf van 1 liter en vul aan met water.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : Ca-XX02

versie

: 2

datum

: 18-01-1991

voor akkoord

: 

pagina

: 1 van 3

Standaardreeks : 0 - 25 - 50 - 100 - 200 - 300 - 400 - 500 mg/l calcium

- met behulp van de dosimat E 535 de reeks als volgt bereiden :
 - St L : 0,00 ml mengstandaardoplossing doseren in maatkolf 100 ml
 - St 1 : 0,50 ml idem
 - St 2 : 1,00 ml idem
 - St 3 : 2,00 ml idem
 - St 4 : 4,00 ml idem
 - St 5 : 6,00 ml idem
 - St H : 8,00 ml idem
 - St 6 : 10,00 ml idem
- voeg aan elk van de standaarden 2 ml 2 mol/l zwavelzuur toe, vul aan tot 100,0 ml met water.
- Voor routinematig onderzoek volstaat het maken van de standaarden St L en St H.

De gehalten van de standaarden omgerekend naar mmol/kg droog gewas, geeft :

- St L = 0 mg/l calcium = 0 mmol calcium per kg droog gewas
- St 1 = 25 mg/l calcium = 62 mmol calcium per kg droog gewas
- St 2 = 50 mg/l calcium = 125 mmol calcium per kg droog gewas
- St 3 = 100 mg/l calcium = 250 mmol calcium per kg droog gewas
- St 4 = 200 mg/l calcium = 499 mmol calcium per kg droog gewas
- St 5 = 300 mg/l calcium = 749 mmol calcium per kg droog gewas
- St H = 400 mg/l calcium = 998 mmol calcium per kg droog gewas
- St 6 = 500 mg/l calcium = 1248 mmol calcium per kg droog gewas

3.04.5. Apparatuur.

Vlamfotometer Eppendorf ELEX 6361.

- geschikt om bij een golflengte van 622 nm de emissie te meten met een oxiderende acetyleen-lucht vlam.

Dosimat Metrohm E 535.

- voor doseren mengstandaard oplossing (tot op 0,01 ml nauwkeurig).

3.04.6. Werkwijze.

3.04.6. a. voorbehandeling monsters.

- Ontsluit de gewasmonsters volgens de Schaumlöffelmethode, voorschrift 2.02.
- Gebruik de destruatēn onverdund.
- Verdun, indien bij de meting het calciumgehalte van de destruatēn hoger blijkt te zijn dan dat van de hoogste standaard, de destruatēn met 0,04 mol/l zwavelzuur.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : Ca-XX02

versie : 2

datum : 18-01-1991

voor akkoord : 

pagina : 2 van 3

3.04.6. b. meetmethode.

- Volg het bedieningsvoorschrift van de vlamfotometer.
- Kies methode 1.
- Verstuif de standaarden St L + St H en voer ze in.
- Meet de monsters.
- Meet ter controle de standaarden, als deze meer dan 10 % verschillen met de eerste meting van de standaarden, opnieuw de standaarden invoeren en de monsters meten.
- De resultaten zijn uitgedrukt in mmol/kg luchtdroog gewas.

3.04.7. Berekening.

$$x = \frac{(A-B) * F * y * 1000 * Vf}{I * Mw} = 2,495 * (A-B) * Vf$$

- x = gehalte calcium in het gewasmonster in mmol/kg stoofdroog gewas
- A = gehalte calcium in het destruaat in mg/l
- B = gehalte calcium in de blanco in mg/l
- F = verdunningsfactor (= 1)
- y = totaal volume destruaat in l (= 0,075 l)
- I = inweeg monster in g (= 0,750 g)
- Mw = molgewicht calcium in g/mol (= 40,08 g/mol)
- Vf = correctiefactor voor het vochtgehalte van het monster

- De resultaten alleen corrigeren voor het vochtgehalte en eventuele verdunningen.
- De gehalten opgeven in gehele getallen.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : Ca-XX02

versie : 2

datum : 18-01-1991

voor akkoord : 

pagina : 3 van 3

3.08. KALIUMBEPALING IN GEWAS

3.08.1. Onderwerp.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het kaliumgehalte van gedroogd gewas met behulp van Atomaire Emissie Spectrofotometrie.

3.08.2. Toepassing.

Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten gedroogde gewasmonsters. In het algemeen kunnen kaliumgehaltenes vanaf 10 mmol/kg luchtdroog gewas bepaald worden.

3.08.3. Principe.

Door ontsluiting van het gewasmonster volgens de Schaumlöffelmethode, wordt kalium in oplossing gebracht. Kalium wordt bepaald door middel van Atomaire Emissie Spectrofotometrie bij een golflengte van 767 nm, als excitatiebron wordt een oxiderende acetyleen-lucht vlam toegepast.

3.08.4. Reagentia.

Zwavelzuur, 2 mol/l.

- voeg 112 ml zwavelzuur 96 % geconcentreerd pa. toe aan 600 ml water, goed mengen, af laten koelen en aanvullen tot 1 liter met water.

Zwavelzuur, 0,04 mol/l.

- verdun 20 ml 2 mol/l zwavelzuur tot 1 liter met water.

Zoutzuur, 4 mol/l.

- verdun 320 ml zoutzuur 37 % geconcentreerd pa. tot 1 liter met water.

Mengstandaardoplossing : - 7500 mg/l K
- 1000 mg/l Na
- 5000 mg/l Ca

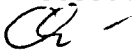
- weeg nauwkeurig af : 14,2999 g kaliumchloride pa., 2,5420 g natriumchloride pa. en 12,4863 g calciumcarbonaat pa. (de zouten eerst 2 uur drogen bij 105° Celcius), los de kalium- en natriumchloride op in ca. 250 ml water en spoel over in een maatkolf van 1 liter. Los de calciumcarbonaat op in 25 ml 4 mol/l zoutzuur, spoel over in de maatkolf van 1 liter en vul aan met water.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : K-XX02

versie : 2

datum : 18-01-1991

voor akkoord : 

pagina : 1 van 3

Standaardreeks : 0 - 37,5 - 75 - 150 - 300 - 450 - 600 - 750 mg/l
kalium

- met behulp van de dosimat E 535 de reeks als volgt bereiden :
 - St L : 0,00 ml mengstandaardoplossing doseren in maatkolf 100 ml
 - St 1 : 0,50 ml idem
 - St 2 : 1,00 ml idem
 - St 3 : 2,00 ml idem
 - St 4 : 4,00 ml idem
 - St 5 : 6,00 ml idem
 - St H : 8,00 ml idem
 - St 6 : 10,00 ml idem
- voeg aan elk van de standaarden 2 ml 2 mol/l zwavelzuur toe, vul aan tot 100,0 ml met water.
Voor routinematig onderzoek volstaat het maken van de standaarden St L en St H.

De gehalten van de standaarden omgerekend naar mmol/kg droog gewas geeft :

- St L = 0,0 mg/l kalium = 0 mmol kalium per kg droog gewas
- St 1 = 37,5 mg/l kalium = ~~36~~¹²⁸ mmol kalium per kg droog gewas
- St 2 = 75,0 mg/l kalium = ~~72~~²⁵⁶ mmol kalium per kg droog gewas
- St 3 = 150,0 mg/l kalium = 384 mmol kalium per kg droog gewas
- St 4 = 300,0 mg/l kalium = 767 mmol kalium per kg droog gewas
- St 5 = 450,0 mg/l kalium = 1151 mmol kalium per kg droog gewas
- St H = 600,0 mg/l kalium = 1535 mmol kalium per kg droog gewas
- St 6 = 750,0 mg/l kalium = 1919 mmol kalium per kg droog gewas

3.08.5. Apparatuur.

Vlamfotometer Eppendorf ELEX 6361.

- geschikt om bij een golflengte van 767 nm de emissie te meten met een oxiderende acetyleen-lucht vlam.

Dosimat Metrohm E 535.

- voor doseren mengstandaard oplossing (tot op 0,01 ml nauwkeurig).

3.08.6. Werkwijze.

3.08.6. a. voorbehandeling monsters.

- Ontsluit de gewasmonsters volgens de Schaumlöffelmethode, voorschrift 2.02.
- Gebruik de destruataten onverdund.
- Verdun, indien bij de meting het kaliumgehalte van de destruataten hoger blijkt te zijn dan dat van de hoogste standaard, de destruataten met 0,04 mol/l zwavelzuur.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : K-XX02

versie : 2

datum : 18-01-1991

voor akkoord : *Ca*

pagina : 2 van 3

3.08.6. b. meetmethode.

- Volg het bedieningsvoorschrift van de vlamfotometer.
- Kies methode 1.
- Verstuif de standaarden St L + St H en voer ze in.
- Meet de monsters.
- Meet ter controle de standaarden, als deze meer dan 10 % verschillen met de eerste meting van de standaarden, opnieuw de standaarden invoeren en de monsters meten.
- De resultaten zijn uitgedrukt in mmol/kg luchtdroog gewas.

3.08.7. Berekening.

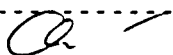
$$x = \frac{(A-B) * F * y * 1000 * Vf}{I * Mw} = 2,558 * (A-B) * Vf$$

- x = gehalte kalium in het gewasmonster in mmol/kg stoofdroog gewas
- A = gehalte kalium in het destruaat in mg/l
- B = gehalte kalium in de blanco in mg/l
- F = verdunningsfactor (= 1)
- y = totaal volume destruaat in l (= 0,075 l)
- I = inweeg monster in g (= 0,750 g)
- Mw = molgewicht kalium in g/mol (= 39,10 g/mol)
- Vf = correctiefactor voor het vochtgehalte van het monster

- De resultaten alleen corrigeren voor het vochtgehalte en eventuele verdunningen.
- De gehalten opgeven in gehele getallen.

geschreven door : W.R. van de Woestijne onderwerp : K-XX02

versie : 2 datum : 18-01-1991

voor akkoord :  pagina : 3 van 3

3.12. NATRIUMBEPALING IN GEWAS

3.12.1. Onderwerp.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het natriumgehalte van gedroogd gewas met behulp van Atomaire Emissie Spectrofotometrie.

3.12.2. Toepassing.

Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten gedroogde gewasmonsters. In het algemeen kunnen natriumgehaltenes vanaf 1 mmol/kg luchtdroog gewas bepaald worden.

3.12.3. Principe.

Door ontsluiting van het gewasmonster volgens de Schaumlöffelmethode, wordt natrium in oplossing gebracht. Natrium wordt bepaald door middel van Atomaire Emissie Spectrofotometrie bij een golflengte van 589 nm, als excitatiebron wordt een oxiderende acetyleen-lucht vlam toegepast.

3.12.4. Reagentia.

Zwavelzuur, 2 mol/l.

- voeg 112 ml zwavelzuur 96 % geconcentreerd pa. toe aan 600 ml water, goed mengen, af laten koelen en aanvullen tot 1 liter met water.

Zwavelzuur, 0,04 mol/l.

- verdun 20 ml 2 mol/l zwavelzuur tot 1 liter met water.

Zoutzuur, 4 mol/l.

- verdun 320 ml zoutzuur 37 % geconcentreerd pa. tot 1 liter met water.

Mengstandaardoplossing : - 7500 mg/l K
- 1000 mg/l Na
- 5000 mg/l Ca

- weeg nauwkeurig af : 14,2999 g kaliumchloride pa., 2,542 g natriumchloride pa. en 12,4863 g calciumcarbonaat pa. (de zouten eerst 2 uur drogen bij 105° Celcius), los de kalium- en natriumchloride op in ca. 250 ml water en spoel over in een maatkolf van 1 liter. Los de calciumcarbonaat op in 25 ml 4 mol/l zoutzuur, spoel over in de maatkolf van 1 liter en vul aan met water.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : Na-XX02

versie : 2

datum : 17-01-1991

voor akkoord : 

pagina : 1 van 3

Standaardreeks : 0 - 5 - 10 - 20 - 40 - 60 - 80 - 100 mg/l natrium
- met behulp van de dosimat E 535 de reeks als volgt bereiden :
St L : 0,00 ml mengstandaardoplossing doseren in maatkolf 100 ml
St 1 : 0,50 ml idem
St 2 : 1,00 ml idem
St 3 : 2,00 ml idem
St 4 : 4,00 ml idem
St 5 : 6,00 ml idem
St H : 8,00 ml idem
St 6 : 10,00 ml idem
voeg aan elk van de standaarden 2 ml 2 mol/l zwavelzuur toe, vul
aan tot 100,0 ml met water.
Voor routinematig onderzoek volstaat het maken van de standaarden
St L en St H.

De gehalten van de standaarden omgerekend naar mmol/kg droog gewas
geeft :

- St L = 0 mg/l natrium = 0 mmol natrium per kg droog gewas
- St 1 = 5 mg/l natrium = 22 mmol natrium per kg droog gewas
- St 2 = 10 mg/l natrium = 44 mmol natrium per kg droog gewas
- St 3 = 20 mg/l natrium = 87 mmol natrium per kg droog gewas
- St 4 = 40 mg/l natrium = 174 mmol natrium per kg droog gewas
- St 5 = 60 mg/l natrium = 261 mmol natrium per kg droog gewas
- St H = 80 mg/l natrium = 348 mmol natrium per kg droog gewas
- St 6 = 100 mg/l natrium = 435 mmol natrium per kg droog gewas

3.12.5. Apparatuur.

Vlamfotometer Eppendorf ELEX 6361.

- geschikt om bij een golflengte van 589 nm de emissie te meten met
een oxiderende acetyleen-lucht vlam.

Dosimat Metrohm E 535.

- voor doseren mengstandaard oplossing (tot op 0,01 ml nauwkeurig).

3.12.6. Werkwijze.

3.12.6. a. voorbehandeling monsters.

- Ontsluit de gewasmonsters volgens de Schaumlöffelmethode,
voorschrift 2.02.
- Gebruik de destruataten onverdund.
- Verdun, indien bij de meting het natriumgehalte van de destruataten
hoger blijkt te zijn dan dat van de hoogste standaard, de destruataten
met 0,04 mol/l zwavelzuur.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : Na-XX02

versie : 2

datum : 17-01-1991

voor akkoord : 

pagina : 2 van 3

3.12.6. b. meetmethode.

- Volg het bedieningsvoorschrift van de vlamfotometer.
- Kies methode 1.
- Verstuif de standaarden St L + St H en voer ze in.
- Meet de monsters.
- Meet ter controle de standaarden, als deze meer dan 10 % verschillen met de eerste meting van de standaarden, opnieuw de standaarden invoeren en de monsters meten.
- De resultaten zijn uitgedrukt in mmol/kg luchtdroog gewas.

3.12.7. Berekening.


$$x = \frac{(A-B) * F * y * 1000 * Vf}{I * Mw} = 4,35 * (A-B) * Vf$$

- x - gehalte natrium in het gewasmonster in mmol/kg stoofdroog gewas
- A - gehalte natrium in het destruaat in mg/l
- B - gehalte natrium in de blanco in mg/l
- F - verdunningsfactor (= 1)
- y - totaal volume destruaat in l (= 0,075 l)
- I - inweeg monster in g (= 0,750 g)
- Mw - molgewicht natrium in g/mol (= 22,99 g/mol)
- Vf - correctiefactor voor het vochtgehalte van het monster

- De resultaten alleen corrigeren voor het vochtgehalte en eventuele verdunningen.
- De gehalten opgeven in gehele getallen.

geschreven door : W.R. van de Woestijne onderwerp : Na-XX02

versie : 2 datum : 17-01-1991

voor akkoord :  pagina : 3 van 3

3.04. CALCIUMBEPALING IN GEWAS

3.04.1. Onderwerp.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het calciumgehalte van gedroogd gewas met behulp van Atomaire Emissie Spectrofotometrie.

3.04.2. Toepassing.

Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten gedroogde gewasmonsters. In het algemeen kunnen calciumgehalten vanaf 10 mmol/kg luchtdroog gewas bepaald worden.

3.04.3. Principe.

Door ontsluiting van het gewasmonster met behulp van het microgolf destructie systeem wordt calcium in oplossing gebracht. Calcium wordt bepaald door middel van Atomaire Emissie Spectrofotometrie bij een golflengte van 622 nm, als excitatiebron wordt een oxiderende acetyleen-lucht vlam toegepast.

3.04.4. Reagentia.

Salpeterzuur, 65 % geconcentreerd pa.

Zoutzuur, 37 % geconcentreerd pa.

Verdunningsoplossing.

- voeg 35 ml salpeterzuur 65 % en 8 ml zoutzuur 37 % toe aan 500 ml water en verdun tot 1 liter met water.

Zoutzuur, 4 mol/l.

- verdun 320 ml zoutzuur 37 % geconcentreerd pa. tot 1 liter met water.

Mengstandaardoplossing : - 7500 mg/l K
- 1000 mg/l Na
- 5000 mg/l Ca

- weeg nauwkeurig af : 14,2999 g kaliumchloride pa., 2,5420 g natriumchloride pa. en 12,4863 g calciumcarbonaat pa. (de zouten eerst 2 uur drogen bij 105^o Celcius), los de kalium- en natriumchloride op in ca. 250 ml water en spoel over in een maatkolf van 1 liter. Los de calciumcarbonaat op in 75 ml 4 mol/l zoutzuur, spoel over in de maatkolf van 1 liter en vul aan met water.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : Ca-MW02

versie : 1

datum : 05-07-1991

voor akkoord : 

pagina : 1 van 3

Standaardreeks : 0 - 12,5 - 25 - 62,5 - 125 - 250 - 375 - 500 mg/l
calcium

- met behulp van de dosimat E 535 de reeks als volgt bereiden :
 - St L : 0,00 ml mengstandaardoplossing doseren in maatkolf 100 ml
 - St 1 : 0,25 ml idem
 - St 2 : 0,50 ml idem
 - St 3 : 1,25 ml idem
 - St 4 : 2,50 ml idem
 - St 5 : 5,00 ml idem
 - St H : 7,50 ml idem
 - St 6 : 10,00 ml idem
- voeg aan elk van de standaarden 3,5 ml 65 % salpeterzuur en 0,8 ml 37 % zoutzuur toe, vul aan tot 100,0 ml met water.
Voor routinematig onderzoek volstaat het maken van de standaarden St L en St H.

De gehalten van de standaarden omgerekend naar mmol/kg droog gewas, geeft :

- St L = 0,0 mg/l calcium = 0 mmol calcium per kg droog gewas
- St 1 = 12,5 mg/l calcium = 62 mmol calcium per kg droog gewas
- St 2 = 25,0 mg/l calcium = 125 mmol calcium per kg droog gewas
- St 3 = 62,5 mg/l calcium = 312 mmol calcium per kg droog gewas
- St 4 = 125,0 mg/l calcium = 624 mmol calcium per kg droog gewas
- St 5 = 250,0 mg/l calcium = 1248 mmol calcium per kg droog gewas
- St H = 375,0 mg/l calcium = 1871 mmol calcium per kg droog gewas
- St 6 = 500,0 mg/l calcium = 2495 mmol calcium per kg droog gewas

3.04.5. Apparatuur.

Vlamfotometer Eppendorf ELEX 6361.

- geschikt om bij een golflengte van 622 nm de emissie te meten met een oxiderende acetyleen-lucht vlam.

Dosimat Metrohm E 535.

- voor doseren mengstandaard oplossing (tot op 0,01 ml nauwkeurig).

3.04.6. Werkwijze.

3.04.6. a. voorbehandeling monsters.

- Ontsluit de gewasmonsters volgens de microgolfdestructiemethode, voorschrift 2.13.
- Gebruik de destruatens onverdund.
- Verdun, indien bij de meting het calciumgehalte van de destruatens hoger blijkt te zijn dan dat van de hoogste standaard, de destruatens met de verdunningsoplossing.

.....
geschreven door : W.R. van de Woestijne

.....
onderwerp : Ca-MW02

.....
versie : 1

.....
datum : 05-07-1991

.....
voor akkoord : *CR*

.....
pagina : 2 van 3

3.04.6. b. meetmethode.

- Volg het bedieningsvoorschrift van de vlamfotometer.
- Kies methode 4.
- Verstuif de standaarden St L + St H en voer ze in.
- Meet de monsters.
- Meet ter controle de standaarden, als deze meer dan 10 % verschillen met de eerste meting van de standaarden, opnieuw de standaarden invoeren en de monsters meten.
- De resultaten zijn uitgedrukt in mmol/kg luchtdroog gewas.

3.04.7. Berekening.

$$x = \frac{(A-B) * F * y * 1000 * Vf}{I * Mw} = 4,990 * (A-B) * Vf$$

x = gehalte calcium in het gewasmonster in mmol/kg stoofdroog gewas
A = gehalte calcium in het destruaat in mg/l
B = gehalte calcium in de blanco in mg/l
F = verdunningsfactor (= 1)
y = totaal volume destruaat in l (= 0,100 l)
I = inweeg monster in g (= 0,500 g)
Mw = molgewicht calcium in g/mol (= 40,08 g/mol)
Vf = correctiefactor voor het vochtgehalte van het monster

- De resultaten alleen corrigeren voor het vochtgehalte en eventuele verdunningen.
- De gehalten opgeven in gehele getallen.

geschreven door : W.R. van de Woestijne onderwerp : Ca-MW02

versie : 1 datum : 05-07-1991

voor akkoord : *Gi* pagina : 3 van 3

3.08. KALIUMBEPALING IN GEWAS

3.08.1. Onderwerp.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het kaliumgehalte van gedroogd gewas met behulp van Atomaire Emissie Spectrofotometrie.

3.08.2. Toepassing.

Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten gedroogde gewasmonsters. In het algemeen kunnen kaliumgehalten vanaf 10 mmol/kg luchtdroog gewas bepaald worden.

3.08.3. Principe.

Door ontsluiting van het gewasmonster met behulp van het microgolf destructie systeem wordt kalium in oplossing gebracht. Kalium wordt bepaald door middel van Atomaire Emissie Spectrofotometrie bij een golflengte van 767 nm, als excitatiebron wordt een oxiderende acetyleen-lucht vlam toegepast.

3.08.4. Reagentia.

Salpeterzuur, 65 % geconcentreerd pa.

Zoutzuur, 37 % geconcentreerd pa.

Verdunningsoplossing.

- voeg 35 ml 65 % salpeterzuur en 8 ml 37 % zoutzuur toe aan 500 ml water en verdun tot 1 liter met water.

Zoutzuur, 4 mol/l.

- verdun 320 ml zoutzuur 37 % geconcentreerd pa. tot 1 liter met water.

Mengstandaardoplossing : - 7500 mg/l K
- 1000 mg/l Na
- 5000 mg/l Ca

- weeg nauwkeurig af : 14,2999 g kaliumchloride pa., 2,5420 g natriumchloride pa. en 12,4863 g calciumcarbonaat pa. (de zouten eerst 2 uur drogen bij 105° Celcius), los de kalium- en natriumchloride op in ca. 250 ml water en spoel over in een maatkolf van 1 liter. Los de calciumcarbonaat op in 75 ml 4 mol/l zoutzuur, spoel over in de maatkolf van 1 liter en vul aan met water.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : K-MW02

versie : 1

datum : 05-07-1991

voor akkoord : *Gr*

pagina : 1 van 3

Standaardreeks : 0 - 18,75 - 37,5 - 93,75 - 187,5 - 375 - 562,5 - 750
mg/l kalium

- met behulp van de dosimat E 535 de reeks als volgt bereiden :

St L : 0,00 ml mengstandaardoplossing doseren in maatkolf 100 ml
St 1 : 0,25 ml idem
St 2 : 0,50 ml idem
St 3 : 1,25 ml idem
St 4 : 2,50 ml idem
St 5 : 5,00 ml idem
St H : 7,50 ml idem
St 6 : 10,00 ml idem

voeg aan elk van de standaarden 3,5 ml 65 % salpeterzuur en 8 ml
37 % zoutzuur toe, vul aan tot 100,0 ml met water.

Voor routinematig onderzoek volstaat het maken van de standaarden
St L en St H.

De gehalten van de standaarden omgerekend naar mmol/kg droog gewas
geeft :

- St L = 0,00 mg/l kalium = 0 mmol kalium per kg droog gewas
- St 1 = 18,75 mg/l kalium = 96 mmol kalium per kg droog gewas
- St 2 = 37,50 mg/l kalium = 192 mmol kalium per kg droog gewas
- St 3 = 93,75 mg/l kalium = 480 mmol kalium per kg droog gewas
- St 4 = 187,50 mg/l kalium = 959 mmol kalium per kg droog gewas
- St 5 = 375,00 mg/l kalium = 1919 mmol kalium per kg droog gewas
- St H = 562,50 mg/l kalium = 2878 mmol kalium per kg droog gewas
- St 6 = 750,00 mg/l kalium = 3837 mmol kalium per kg droog gewas

3.08.5. Apparatuur.

Vlamfotometer Eppendorf ELEX 6361.

- geschikt om bij een golflengte van 767 nm de emissie te meten met
een oxiderende acetyleen-lucht vlam.

Dosimat Metrohm E 535.

- voor doseren mengstandaard oplossing (tot op 0,01 ml nauwkeurig).

3.08.6. Werkwijze.

3.08.6. a. voorbehandeling monsters.


- Ontsluit de gewasmonsters volgens de microgolfdestructiemethode,
voorschrift 2.13.
- Gebruik de destruat onverdund.
- Verdun, indien bij de meting het kaliumgehalte van de destruat
hoger blijkt te zijn dan dat van de hoogste standaard, de destruat
met de verdunningsoplossing.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : K-MW02

versie : 1

datum : 05-07-1991

voor akkoord : 

pagina : 2 van 3

3.08.6. b. meetmethode.

- Volg het bedieningsvoorschrift van de vlamfotometer.
- Kies methode 4.
- Verstuif de standaarden St L + St H en voer ze in.
- Meet de monsters.
- Meet ter controle de standaarden, als deze meer dan 10 % verschillen met de eerste meting van de standaarden, opnieuw de standaarden invoeren en de monsters meten.
- De resultaten zijn uitgedrukt in mmol/kg luchtdroog gewas.

3.08.7. Berekening.

$$x = \frac{(A-B) * F * y * 1000 * Vf}{I * Mw} = 5,115 * (A-B) * Vf$$

- x = gehalte kalium in het gewasmonster in mmol/kg stoofdroog gewas
- A = gehalte kalium in het destruaat in mg/l
- B = gehalte kalium in de blanco in mg/l
- F = verdunningsfactor (= 1)
- y = totaal volume destruaat in l (= 0,100 l)
- I = inweeg monster in g (= 0,500 g)
- Mw = molgewicht kalium in g/mol (= 39,10 g/mol)
- Vf = correctiefactor voor het vochtgehalte van het monster

- De resultaten alleen corrigeren voor het vochtgehalte en eventuele verdunningen.
- De gehalten opgeven in gehele getallen.

geschreven door : W.R. van de Woestijne onderwerp : K-MW02

versie : 1 datum : 05-07-1991

voor akkoord : *Q* pagina : 3 van 3

3.12. NATRIUMBEPALING IN GEWAS

3.12.1. Onderwerp.

Dit voorschrift beschrijft een methode voor de bepaling van het natriumgehalte van gedroogd gewas met behulp van Atomaire Emissie Spectrofotometrie.

3.12.2. Toepassing.

Dit voorschrift is van toepassing op alle soorten gedroogde gewasmonsters. In het algemeen kunnen natriumgehalten vanaf 1 mmol/kg luchtdroog gewas bepaald worden.

3.12.3. Principe.

Door ontsluiting van het gewasmonster met behulp van het microgolf destructie systeem wordt natrium in oplossing gebracht. Natrium wordt bepaald door middel van Atomaire Emissie Spectrofotometrie bij een golflengte van 589 nm, als excitatiebron wordt een oxiderende acetyleen-lucht vlam toegepast.

3.12.4. Reagentia.

Salpeterzuur, 65 % geconcentreerd pa.

Zoutzuur, 37 % geconcentreerd pa.

Verdunningsoplossing.

- voeg 35 ml 65 % salpeterzuur en 8 ml 37 % zoutzuur toe aan 500 ml water en verdun tot 1 liter met water.

Zoutzuur, 4 mol/l.

- verdun 320 ml zoutzuur 37 % geconcentreerd pa. tot 1 liter met water.

Mengstandaardoplossing : - 7500 mg/l K
- 1000 mg/l Na
- 5000 mg/l Ca

- weeg nauwkeurig af : 14,2999 g kaliumchloride pa., 2,542 g natriumchloride pa. en 12,4863 g calciumcarbonaat pa. (de zouten eerst 2 uur drogen bij 105° Celcius), los de kalium- en natriumchloride op in ca. 250 ml water en spoel over in een maatkolf van 1 liter. Los de calciumcarbonaat op in 75 ml 4 mol/l zoutzuur, spoel over in de maatkolf van 1 liter en vul aan met water.

geschreven door : W.R. van de Woestijne onderwerp : Na-MW02

versie : 1 datum : 05-07-1991

voor akkoord : *Gr* pagina : 1 van 3

Standaardreeks : 0 - 2,5 - 5 - 12,5 - 25 - 50 - 75 - 100 mg/l natrium
- met behulp van de dosimat E 535 de reeks als volgt bereiden :

St L : 0,00 ml mengstandaardoplossing doseren in maatkolf 100 ml
St 1 : 0,25 ml idem
St 2 : 0,50 ml idem
St 3 : 1,25 ml idem
St 4 : 2,50 ml idem
St 5 : 5,00 ml idem
St H : 7,50 ml idem
St 6 : 10,00 ml idem

voeg aan elk van de standaarden 3,5 ml 65 % salpeterzuur en 8 ml
37 % zoutzuur toe en vul aan tot 100,0 ml met water.

Voor routinematig onderzoek volstaat het maken van de standaarden
St L en St H.

De gehalten van de standaarden omgerekend naar mmol/kg droog gewas
geeft :

- St L = 0,0 mg/l natrium = 0 mmol natrium per kg droog gewas
- St 1 = 2,5 mg/l natrium = 22 mmol natrium per kg droog gewas
- St 2 = 5,0 mg/l natrium = 44 mmol natrium per kg droog gewas
- St 3 = 12,5 mg/l natrium = 109 mmol natrium per kg droog gewas
- St 4 = 25,0 mg/l natrium = 218 mmol natrium per kg droog gewas
- St 5 = 50,0 mg/l natrium = 435 mmol natrium per kg droog gewas
- St H = 75,0 mg/l natrium = 653 mmol natrium per kg droog gewas
- St 6 = 100,0 mg/l natrium = 870 mmol natrium per kg droog gewas

3.12.5. Apparatuur.

Vlamfotometer Eppendorf ELEX 6361.

- geschikt om bij een golflengte van 589 nm de emissie te meten met
een oxiderende acetyleen-lucht vlam.

Dosimat Metrohm E 535.

- voor doseren mengstandaard oplossing (tot op 0,01 ml nauwkeurig).

3.12.6. Werkwijze.

3.12.6. a. voorbehandeling monsters.

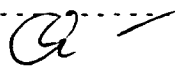
- Ontsluit de gewasmonsters volgens de microgolfdestructiemethode,
voorschrift 2.13.
- Gebruik de destruataten onverdund.
- Verdun, indien bij de meting het natriumgehalte van de destruataten
hoger blijkt te zijn dan dat van de hoogste standaard, de destruataten
met de verdunningsoplossing.

geschreven door : W.R. van de Woestijne

onderwerp : Na-MW02

versie : 1

datum : 05-07-1991

voor akkoord : 

pagina : 2 van 3

3.12.6. b. meetmethode.

- Volg het bedieningsvoorschrift van de vlamfotometer.
- Kies methode 4.
- Verstuif de standaarden St L + St H en voer ze in.
- Meet de monsters.
- Meet ter controle de standaarden, als deze meer dan 10 % verschillen met de eerste meting van de standaarden, opnieuw de standaarden invoeren en de monsters meten.
- De resultaten zijn uitgedrukt in mmol/kg luchtdroog gewas.

3.12.7. Berekening.

$$x = \frac{(A-B) * F * y * 1000 * Vf}{I * Mw} = 8,699 * (A-B) * Vf$$

x = gehalte natrium in het gewasmonster in mmol/kg stoofdroog gewas
A = gehalte natrium in het destruaat in mg/l
B = gehalte natrium in de blanco in mg/l
F = verdunningsfactor (= 1)
y = totaal volume destruaat in l (= 0,100 l)
I = inweeg monster in g (= 0,500 g)
Mw = molgewicht natrium in g/mol (= 22,99 g/mol)
Vf = correctiefactor voor het vochtgehalte van het monster

- De resultaten alleen corrigeren voor het vochtgehalte en eventuele verdunningen.
- De gehalten opgeven in gehele getallen.

geschreven door : W.R. van de Woestijne onderwerp : Na-MW02

versie : 1 datum : 05-07-1991

voor akkoord : *Gi* pagina : 3 van 3

Bijlage 2. Resultaten vergelijking Elex 6361 versus PE 5000.

monster		Na		K		Ca		Mg	
		5000	6361	5000	6361	5000	6361	5000	6361
1	e	714	628	602	622	64	57	91	258
	d	736	645	611	626	50	59	90	173
2	e	1240	1215	406	408	109	99	139	312
	d	1302	1269	412	408	93	98	138	234
3	e	1150	1160	786	767	366	375	301	377
	d	1173	1180	786	759	364	384	301	387
4	e	49	51	1156	1128	492	449	145	311
	d	48	49	1165	1126	481	442	143	235
5	e	3	2	129	152	7	9	45	10
	d	2	1	122	151	3	9	43	58
6	e	49	52	1163	1136	508	462	147	311
	d	48	50	1179	1149	490	453	145	247
7	e	177	177	1625	1589	1087	1107	329	378
	d	177	174	1631	1589	872	898	324	413
8	e	125	126	1206	1163	283	281		
	d	128	126	1194	1147	289	274		
9	e	307	297	1715	1680	431	429		
	d	304	296	1698	1657	436	416		
10	e	40	39	1269	1224	99	92		
	d	42	41	1254	1204	101	89		
11	e	77	77	1068	1031	332	332		
	d	78	78	1056	1037	336	330		
12	e	157	166	1627	1578	567	575		
	d	167	166	1580	1558	571	564		
13	e	16	17	1005	971	88	85		
	d	17	17	979	950	90	78		
14	e	119	124	1764	1721	110	100		
	d	120	125	1747	1775	110	107		
15	e	80	94	2075	1978	118	109		
	d	93	99	2107	2088	115	113		
16	e	82	83	2167	2087	122	114		
	d	78	83	2200	2143	116	115		
17	e	78	79	2101	1985	119	113		
	d	76	80	2086	2047	118	116		
18	e	212	217	1171	1114	836	840		
	d	214	225	1188	1148	850	893		
19	e	166	168	1364	1305	895	899		
	d	166	170	1366	1339	910	930		
20	e	115	116	1493	1392	890	874		
	d	112	119	1487	1453	967	979		
21	e	505	481	1150	1097	570	585		
	d	542	479	1118	1083	582	578		
22	e	94	96	2086	2015	149	146		
	d	95	97	2139	2052	150	148		
23	e	212	216	1156	1111	1011	1027		
	d	209	210	1142	1076	1022	1029		
24	e	1	2	920	851	22	22		
	d	1	4	920	941	23	24		

monster	Na		K		Ca		Mg	
	5000	6361	5000	6361	5000	6361	5000	6361
25 e	1	2	794	738	26	21		
d	0	2	822	783	27	18		
26 e	1	1	820	757	27	23		
d	0	2	842	813	29	20		
27 e	2	4	764	705	18	15		
d	3	7	746	728	16	15		
28 e	1	3	1529	1473	400	406		
d	0	4	1564	1533	430	451		
29 e	17	21	676	626	284	275		
d	18	25	692	679	283	280		

resultaten lineaire regressie berekening

Y = PE 5000

X = Elex 6361

Y = AX

R = regressie coëfficiënt

element	A	R
Na	1,057	0,992
K	1,033	0,996
Ca	0,993	0,999

Grafische weergave lineaire regressielijn.

